



(19)

Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 1 113 068 A2

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag  
04.07.2001 Patentblatt 2001/27

(51) Int Cl. C11D 3/12, C11D 3/40  
// C11D17/00

(21) Anmeldenummer 00126667.5

(22) Anmeldetag 05.12.2000

(84) Benannte Vertragsstaaten  
AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE TR  
Benannte Erstreckungsstaaten:  
AL LT LV MK RO SI

(30) Priorität: 16.12.1999 DE 19960744

(71) Anmelder: Clariant GmbH  
65929 Frankfurt am Main (DE)

(72) Erfinder:

- Bauer, Harald, Dr.  
50170 Kerpen (DE)
- Holz, Josef, Dr.  
50374 Erftstadt (DE)
- Schimmel, Günther, Dr.  
50374 Erftstadt (DE)

### (54) Granulares Alkalischichtsilicat-Compound

(57) Die Erfindung betrifft ein granulares Alkalischichtsilicat-Compound, dadurch gekennzeichnet, daß es ein kristallines Alkalischichtsilikat einen Farb-

stoff und ein Additiv enthält. Die Erfindung betrifft auch ein Verfahren zu seiner Herstellung sowie Wasch- und Reinigungsmittel, die ein solches granulares Alkalischichtsilicat-Compound enthalten.

3 A2

EP 1 11

**Beschreibung**

[0001] Die Erfindung betrifft ein granulares Alkalischichtsilicat-Compound, ein Verfahren zu seiner Herstellung sowie Wasch- und Reinigungsmittel, die ein solches granulares Alkalischichtsilicat-Compound enthalten.

[0002] DE 199 43 237 A1 beschreibt celulosehaltige Cogranulate aus Alkalischichtsilikaten und Sprengstoffen, die gegebenenfalls eingefärbt sein können. Diese Cogranulate werden als Waschmittelbinder eingesetzt.

[0003] Waschmittelbinder erfüllen eine Vielzahl von Funktionen. Darunter sind besonders die Entfernung oder Herabsetzung von Wasserhärte und die Lieferung von Alkalität, d.h. die Heraufsetzung des pH-Wertes in der Waschlauge zu nennen. Die Entfernung der im Leitungswasser vorhandenen Wasserhärte ist wichtig, da sie bei den üblichen insbesondere höheren Waschtemperaturen an Heizstäben, Waschmaschinenwänden und an Textilien anorganische Verkrustungen ("Inkrustierungen") verursacht und die häufig eingesetzter anionischen Tenside in Form von sogenannten Kalkseifen zur Ausfällung bringen. Dies hat zum einen eine Minderung der Waschkraft zur Folge und ergibt andererseits nach nur wenigen Waschgängen einen Grauschleier auf der Wäsche. Anorganische Inkrustierungen bestehen aus in Form von Calciumcarbonat ausgefällter Wasserhärte bzw. aus abgelagerten Resten ungelöster Waschmittelbinderanteile. Die (erwünschte) Erhöhung des pH-Wertes in der Waschlösung hat zur Folge, dass Schmutzpartikel eine höhere Oberflächenladung erhalten und so leichter vom Gewebe zu entfernen sind.

[0004] Nach dem Stand der Technik werden Waschmittelbestandteile, dies betrifft insbesondere die Binderkomponente, durch den Zusatz von Farbstoffen für verschiedene Zwecke eingefärbt. Eine besonders hohe Farbstärke des Produkts kann dabei nur durch entsprechende Erhöhung des Farbstoffanteils erreicht werden. Nachteilig ist hierbei, dass Reste der Farbstoffe in der Waschlauge verbleiben können und zu der Anfärbung von Textilien bzw. Belästigung der Umwelt führen. Überraschenderweise wurde nun gefunden, dass sich Alkalischichtsilicate durch eine geeignete Wahl von Additiven in Kombination mit Farbstoffen besonders farbtinten- und einfärben lassen, ohne dass der Farbstoffanteil im Produkt wesentlich erhöht wird.

[0005] Es ist daher Aufgabe der vorliegenden Erfindung ein granulares Alkalischichtsilicat-Compound zur Verfügung zu stellen, das gegenüber dem Stand der Technik eine besonders hohe Farbintensität besitzt.

[0006] Diese Aufgabe wird gelöst durch ein granulares Alkalischichtsilicat-Compound der eingangs genannten Art, dadurch gekennzeichnet, dass es ein kristallines Alkalischichtsilicat, einen Farbstoff und ein Additiv enthält.

[0007] Bevorzugt enthält das erfindungsgemäße granulare Alkalischichtsilicat-Compound

68-99.79 Gew.-% Alkalischichtsilicat  
0.01-2 Gew.-% Farbstoff  
0.1-15 Gew.-% Additive  
0.1-15 Gew.-% Wasser

[0008] Besonders bevorzugt enthält das erfindungsgemäße granulare Alkalischichtsilicat-Compound

84-98.95 Gew.-% Alkalischichtsilicat  
0.05-1 Gew.-% Farbstoff  
0.5-5 Gew.-% Additive  
0.5-10 Gew.-% Wasser

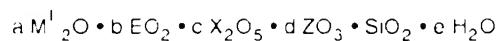
Bevorzugte Alkalischichtsilicate, die vorteilhafterweise zur Herstellung des erfindungsgemäßen Compounds eingesetzt werden können, sind solche der Formel  $NaMSi_xO_{2x+1} \cdot yH_2O$ , wobei M Natrium oder Wasserstoff bedeutet, x eine Zahl von 1-4 bis 4 und y eine Zahl von 0 bis 20 ist und bevorzugte Werte für x 2, 3 oder 4 sind. Derartige Schichtsilicate werden in der EP-B-P 164 514 beschrieben, auf die hier ausdrücklich Bezug genommen wird. Bevorzugte Schichtsilicate sind dabei solche, in denen M für Natrium steht und x die Werte 2 oder 3 annimmt. Insbesondere sind sowohl  $\alpha$ - als auch  $\delta$ -Natriumdisilicate  $Na_2Si_2O_5 \cdot yH_2O$  bevorzugt, wobei  $\beta$ -Natriumdisilicat beispielsweise nach dem Verfahren erhalten werden kann, das in der WO-A 91/08171 beschrieben ist.  $\beta$ -Natriumdisilicat ist unter der Bezeichnung SKS-7,  $\delta$ -Natriumdisilicat ist unter der Bezeichnung TMSKS-6 im Handel erhältlich (Produkte der Clariant GmbH).

Weitere Schichtsilicate, die bevorzugt zur Herstellung des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds eingesetzt werden können, sind in der DE-A 198 30 591 beschrieben. Es handelt sich dabei um ein feinkristallines kristallines schichtförmiges Natriumdisilicat der Formel  $NaMSi_xO_{2x+1} \cdot yH_2O$ , wobei M Natrium oder Wasserstoff

EP 1 113 068 A2

$x\text{Na}_2\text{O} \cdot y\text{SiO}_2 \cdot z\text{P}_2\text{O}_5$  mit dem Verhältnis x zu y von 0.35 bis 0.6, dem Verhältnis x zu z von 175 bis 1200 und dem Verhältnis von y zu z von 4 bis 2800. Diese phosphorhaltigen Schichtsilicate mit hoher Kristallinität und einem sehr hohen Calciumbindenvermögen werden ebenfalls bevorzugt zur Herstellung des erfindungsgemäßen Compounds eingesetzt.

5 [0012] Erfindungsgemäß eingesetzt werden auch kristalline Alkalischichtsilicate der allgemeinen Formel



10 in der  $\text{M}^{\text{I}}$  ein Alkalimetall, E ein Element der vierten Hauptgruppe, X ein Element der fünften Hauptgruppe und Z ein Element der sechsten Hauptgruppe des Periodensystems bedeuten und weiterhin gilt

15  $0.25 \leq a \leq 6.25$

$2.5 \cdot 10^{-4} \leq b \leq 5.63$

$0 < c \leq 2.81$

$0 < d \leq 5.63$

$0 < e \leq 15.3$

20 [0013] Hierbei sind solche kristallinen Alkalischichtsilicate bevorzugt, die einen gewissen Gehalt an Phosphor, Schwefel und/oder Kationenstoff aufweisen

20 [0014] Geeignete Silicate sind aber auch hochalkalische kristalline Natriumsilicate der Zusammensetzung



25

wobei x eine Zahl zwischen 1.2 und 2.1 und y eine Zahl zwischen 0 und 20 ist und das hochalkalische kristalline Natriumsilicat zu 70 bis 98 Gew.-% aus schichtförmigen Dinatriumdisilicaten und zu 2 bis 30 Gew.-% aus nichtschicht-silikatischen Natriumsilicaten der Formel

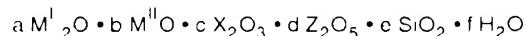
30



in der v eine Zahl zwischen 0.05 und 2 und w eine Zahl zwischen 0 und 20 ist bestehet

35 [0015] Schließlich werden bevorzugt auch schwerlösliche Alkalisilicate eingesetzt, welche dadurch gekennzeichnet sind, dass sie Alkalischichtsilicate in fein verteilter Form in einer nicht-schicht-silikatischen Alkalisilicatumgebung der Formel  $x\text{M}^{\text{I}}_2\text{O} \cdot y\text{SiO}_2$ , in der  $\text{M}^{\text{I}}$  ein Alkalimetall und  $y/x$  (1.9 bis 500) 1 bedeutet, enthalten. Dabei entspricht das Alkalisilicat insgesamt der allgemeinen Formel

40



in der  $\text{M}^{\text{I}}$  ein Alkalimetall,  $\text{M}^{\text{II}}$  ein Erdalkalimetall, X ein Element der dritten Hauptgruppe und Z ein Element der fünften Hauptgruppe des Periodensystems bedeuten und weiterhin gilt

45

$0 < a \leq 1$

$0 < b \leq 0.5$

$0 < c \leq 0.05$

$0 < d \leq 0.25$

$1.9 \leq e \leq 4$

50

$0 < f \leq 20$

50 [0016] Bevorzugt sind hierbei solche schwerlöslichen Alkalisilicate, die einen gewissen Gehalt an Erdalkalionen (Magnesium und/oder Calcium), Bor und/oder Phosphor aufweisen

50 [0017] Bevorzugt sind hierbei solche schwerlöslichen Alkalisilicate, die einen gewissen Gehalt an Bor und/oder Phosphor in Flüssigform aufweisen

50 [0018] Bevorzugt sind hierbei solche schwerlöslichen Alkalisilicate, die einen gewissen Gehalt an Bor und/oder Phosphor in Flüssigform aufweisen

Bevorzugt handelt es sich bei den Additiven um Alkylalkoxylate, Gluconamide, Alkylpolyglycoside, Alkylethoxyalkoxylate, Oligoglycole, Polyglycole, Monoalkylglycolether, Monoalkyloligoglycolether, Monoalkylpolyglycoether, Dialkylglycolether, Dialkyloligoglycolether, Dialkylpolyglycolether, Oligocarboxylate und/oder Polycarboxylate.

[0018] Besonders bevorzugt handelt es sich bei den Alkylalkoxylaten um Alkylethoxylate und/oder EO-PC-Alkoxylate.

[0019] Bei der Auswahl der Additive ist zu beachten, dass vor allem niedrigmolekulare Verbindungen bevorzugt mindestens eine Alkylgruppe enthalten sollten. Wichtige Verbindungen mit diesem Merkmal sind auch nicht ionische Tenside.

[0020] Als Additive sind Alkylalkoxylate, Gluconamide und Alkylpolyglycoside besonders bevorzugt. Unter den Alkylalkoxylaten vorzugsweise werden ethoxylierte, insbesondere primäre Alkohole mit vorzugsweise 8 bis 22 C-Atomen und durchschnittlich 1 bis 80 EO pro Mol Alkohol eingesetzt, in denen der Alkoholrest linear oder bevorzugt in 2-Stellung methylverzweigt sein kann bzw. lineare und methylverzweigte Reste im Gemisch enthalten kann, so wie sie üblicherweise in Oxoalkoholresten vorliegen. Zu den bevorzugten ethoxylierten Alkoholen gehören beispielsweise C<sub>11</sub>-Alkohole mit 3-5-7-8 bzw. 11 EO, C<sub>12</sub>-C<sub>15</sub>-Alkohole mit 3-6-7-8-10 bzw. 13 EO, C<sub>14</sub>-C<sub>15</sub>-Alkohole mit 4-7 bzw. 8 EO, C<sub>6</sub>-C<sub>18</sub>-Alkohole mit 8-11-15-20-25-50 bzw. 80 EO und Mischungen aus diesen. Die angegebenen Ethoxyerungsgrade stellen statistische Mittelwerte dar, die für ein spezielles Produkt eine ganze oder eine gebrochene Zahl sein können. Zusätzlich zu diesen können auch Fettalkohol-EO/PO-Addukte eingesetzt werden, wie z.B. die Genapol-Typen 3970, 2909, bzw. 2822.

[0021] Eine weitere Ausgestaltung der Erfindung ist Polyethylenglycole als Additive einzusetzen, z.B. die PEG Typen 200, 300, 400, 600, 1000, 1350, 1500, 2000, 3000, 4000, 6000, 8000, 10000, 12000, 20000 und 35000 von Clariant.

[0022] Bevorzugt werden als Additive auch Monoalkylglycolether, Monoalkyloligoglycolether oder Monoalkylpolyglycolether eingesetzt, darunter Butylglycol, Butyldiglycol und Butylpolyglycol. Bevorzugt ist: auch Monoalkylpropylglycole, Monoalkyloligopropylglycole und Monoalkylpolypropylglycole einzusetzen.

[0023] Eine weitere Ausgestaltung der Erfindung sieht vor, als Additive Polycarboxylat-Copolymere in saurer oder Alkaliform, bevorzugt Natriumform, auf Basis Acrylsäure/Maleinsäure einzusetzen (beispielsweise Sokalan-Typen der Fa. BASF).

[0024] Das Additiv wird bevorzugt in Mischung bzw. Lösung mit Wasser eingesetzt. Dadurch wird ein großes Flüssigkeitsvolumen erreicht, welches für eine gleichmäßige Verteilung des Additivs auf dem vorgelegten grobteiligen Alkalischichtsilicat günstig ist. Um eine gute Handhabbarkeit der Additiv-Wasser-Mischung sicherzustellen (Pumpbarkeit, Viskosität) kann es sinnvoll sein einen Lösungsvermittler einzusetzen. Besonders geeignet sind dazu Alkohole, besonders bevorzugt Ethanol und Isopropanol.

[0025] Bevorzugt kann das Additiv auch in reiner Form mit dem vorgelegten grobteiligen Alkalischichtsilicat vermischt werden.

[0026] Der Wassergehalt des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds ist in weiter Grenzen variierbar und im wesentlichen durch die aufrecht zu erhaltende Fließfähigkeit des endgültigen Compounds begrenzt.

[0027] Die Farbintensität ist ein besonders wichtiger Parameter, der sich auf das Produkt auswirkt. Die Farbintensität des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds ist neben anderen Einflüssen abhängig von der Farbstoffkonzentration. Im bevorzugten Bereich von 0,01 bis 2% blauem Farbstoff ist ein b-Wert von -15 bis -40 bevorzugt, im besonders bevorzugten Bereich von 0,05 bis 1% ein b-Wert von -17 bis -30.

[0028] Weiterhin wichtig für das erfindungsgemäße granulare Alkalischichtsilicat-Compound ist eine bestimmte Körngröße und eine möglichst nicht zu breite Körnverteilung. Der Feinkornanteil sollte nicht zu groß sein, um im späteren Waschmittel einen möglichst starken Farbkontrast zu den restlichen Inhaltstoffen zu erzeugen. Zu hoher Feinkornanteil würde einen verwischten Hintergrundfarben erzeugen.

Bevorzugt ist ein mittlerer Teilchendurchmesser von 400 bis 900 µm. Dabei beträgt der Anteil größer als 1,4 mm von 0,1 bis 15%, und ein Anteil kleiner als 0,25 mm von 0,5 bis 20%. Besonders bevorzugt ist ein mittlerer Teilchendurchmesser von 0,5 bis 0,8 mm, ein Anteil größer als 1,4 mm von 1 bis 9% und ein Anteil kleiner als 0,25 mm von 1 bis 15%.

[0029] Die erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds sind sehr gut dosierbar und bevorzugt freiflaselfähig und zeigen keine besondere Neigung zum Verbacken.

[0030] Für die ökonomische Verwendung des Farbstoffes ist eine nur äußerliche Farbierung bevorzugt. Zulässigung des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds wird daher bevorzugt vor einem grüntönigen Schichtsilicat ausgegangen. Dies kann sowohl eine speziell gesiebte Fraktion aus Schichtsilicatpulver sein, als auch zu Granulat kompaktiertes Schichtsilicat. Außerdem kann auch agglomeriertes Pulver eingesetzt werden. Als Agglomerierungsmittel kann dabei Polycarboxylat-Copolymer eingesetzt werden, wie dies in EP-A-0 819 355 beschrieben.

[0032] Für die Verwendung als grobteiliges Alkalischichtsilicat sind Pressgranulate bevorzugt. Diese werden bevorzugt durch Verfahren der Rollkomprimierung, Brikkettierung und andere hergestellt. Bei der Rollkomprimierung ist ein Pressdruck von 10kN/cm bis 100kN/cm bevorzugt und ein Pressdruck von 30kN/cm bis 80kN/cm besonders bevorzugt. Wahlweise können bis zu 10 Gew-% Granulierhilfsmittel (beispielsweise Wasser, Wasserglas, Polyethylenglycol, nichtionische Tenside, anionische Tenside, Polycarboxylatcopolymer) zugesetzt werden.

[0033] Für die Verwendung als grobteiliges Alkalischichtsilicat sind Agglomerate bevorzugt. Diese werden bevorzugt in kornaufbauenden Mischer hergestellt, z.B. in Lodge-Pflugscharmischer, Eyrichmischer, Schugi-Mischer mit nachgeschaltetem Fließbettrockner usw. Wahlweise können hier Granulierhilfsmittel (bis zu 30 Gew-%) oder andere Waschmittel inhaltsstoffe zugesetzt werden wie z.B. Wasser, Wasserglas, Polyethylenglycol, nichtionische Tenside, anionische Tenside, Polycarboxylatcopolymer, Soil-release-Polymer und andere.

[0034] Für die Herstellung des grobteiligen Alkalischichtsilicates via Agglomeration wird bevorzugt Alkalischichtsilicat fein gemahlen (auf  $d_{50} < 50 \mu\text{m}$ ). Geeignete Apparate hierfür sind beispielsweise Kugel-, Pendelrollen-, Walzen-, Luftstrahl-, Hammer- und Prallmühlen. Wahlweise können Mahlhilfsstoffe zugesetzt werden. Besonders bevorzugt wird auch Normalpulver ( $50 \leq d_{50} < 500 \mu\text{m}$ ) eingesetzt. Bevorzugt können auch die vorgenannten Pressgranulate fein gemahlen (auf  $d_{50} \leq 50 \mu\text{m}$ ) werden.

[0035] Die vorliegende Erfindung betrifft auch ein Verfahren zur Herstellung eines granularen Alkalischichtsilicat-Compounds, dadurch gekennzeichnet, daß man ein Alkalischichtsilicat mit einem Farbstoff mischt und anschließend ein Additiv aufsprüht und Wahlweise nachtrocknet.

[0036] Bevorzugt wird dabei das Additiv in Mischung mit Wasser und/oder einem Lösungsvermittler aufgesprührt und Wahlweise nachtrocknet.

[0037] Die vorliegende Erfindung betrifft schließlich auch ein Wasch- und Reinigungsmittel enthaltend ein erfindungsgemäßes granulares Alkalischichtsilicat-Compound.

[0038] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

25 0,1 bis 80 Gew-% des granularen Alkalischichtsilicat-Compounds  
0 bis 92 Gew-% Cobuilder  
0 bis 37 Gew-% Tensid  
0 bis 53 Gew-% bleichaktive Agentien  
0 bis 30 Gew-% weiteres Schichtsilicat  
30 0 bis 46 Gew-% Elektrolytlieferant.

[0039] Bevorzugt liegt das Wasch- und Reinigungsmittel in Tablettenform vor.

[0040] Für die Herstellung des erfindungsgemäßes granularen Alkalischichtsilicat-Compounds aus grobem Alkalischichtsilicat, Farbstoff und Additiv werden bevorzugt Mischer und Bedingungen eingesetzt, die geeignet sind, da die Ausgangskornstruktur des Schichtsilicates nur möglichst wenig zu verändern. Besonders Augenmerk muss darauf verwendet werden, den Feinanteil kleiner als 250  $\mu\text{m}$  nur möglichst wenig zu erhöhen. Hierzu können bevorzugt Mischer der Fa. Schugi-Hosokawa (z.B. Typ Flexomix 160) zum Einsatz, bevorzugt mit nachgeschaltetem Batch-Fleßbett, um der Wassergehalt gezielt einzustellen zu können.

[0041] Weitere geeignete Mischer sind Mischer der Firma Hauff und Telschig, die nach dem Freifallprinzip arbeiten und der Fa. Nauta, in denen das Mischgut nach dem Archimedes-Prinzip durch eine Schnecke umwälzt wird.

[0042] Bevorzugt wird der Farbstoff trocken mit dem grobkörnigen Schichtsilicat vorgemischt. Danach wird das Additiv gegebenenfalls in Mischung mit Wasser und/oder Lösungsvermittler aufgesprührt.

[0043] Eine weitere bevorzugte Ausgestaltung ist, den Farbstoff im Additiv selbst, in einer Mischung von Additiv und Wasser oder einer Mischung von Additiv, Wasser und Lösungsvermittler zu lösen. Diese Farbstofflösung wird auf das reine grobteilige Alkalischichtsilicat gesprührt und untergemischt.

[0044] Besonders bevorzugt ist auch die drei Komponenten grobteiliges Alkalischichtsilicat, Farbstoff und Additiv, letzteres gegebenenfalls in Mischung mit Lösungsvermittler und/oder Wasser, jede für sich alleine einzeln, in den Mischer zu dosieren. Dies geschieht bevorzugt im einem Mischer der Fa. Schugi-Hosokawa oder der Fa. Hauff.

[0045] Die Erfindung betrifft, wie vorgenannt beschrieben, auch ein Wasch- und Reinigungsmittel, welches ein erfindungsgemäßes granulares Alkalischichtsilicat-Compound enthält. Hierfür stellen die nachstehend aufgeführten Zusammensetzungen eine beispielhafte Auswahl dar.

[0046] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel  
0,1 bis 80 Gew-% des erfindungsgemäßes granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

1 bis 9 Gew.-% des erfundungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0049] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0 1 bis 80 Gew.-% des erfundungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

5 0 bis 92 Gew.-% Cobuilder  
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0050] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0 5 bis 15 Gew.-% des erfundungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

9 bis 75 Gew.-% Cobuilder

10 ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0051] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

1 bis 9 Gew.-% des erfundungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds 12 5 bis 62 Gew.-% Cobulcer  
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0052] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

15 0 1 bis 80 Gew.-% des erfundungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds  
0 bis 37 Gew.-% Tensic  
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0053] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0 5 bis 15 Gew.-% des erfundungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

20 1.5 bis 31 Gew.-%, Tensid  
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0054] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

1 bis 9 Gew.-% des erfundungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds 2 bis 19 Gew.-% Tensid  
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0055] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

25 0 1 bis 80 Gew.-% des erfundungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds  
0 bis 53 Gew.-% bleichaktive Agenzien  
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0056] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

30 0 5 bis 15 Gew.-% des erfundungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds  
1 bis 23 Gew.-% bleichaktive Agenzien  
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0057] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

35 1 bis 9 Gew.-% des erfundungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds 5 bis 20 Gew.-% bleichaktive Agenzien  
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0058] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0 1 bis 80 Gew.-% des erfundungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds  
0 bis 50 Gew.-% weiteres Schichtsilicat

40 ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0059] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0 5 bis 15 Gew.-% des erfundungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds  
4 bis 30 Gew.-% weiteres Schichtsilicat  
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0060] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

45 1 bis 9 Gew.-% des erfundungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds 5 bis 20 Gew.-% weiteres Schichtsilicat  
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0061] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

50 0 1 bis 80 Gew.-% des erfundungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds  
0 bis 46 Gew.-% Elektrolytieferrant  
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0062] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0064] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel  
0.1 bis 60 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds  
0 bis 92 Gew.-% Cobuilder  
5 0 bis 37 Gew.-% Tensic  
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0065] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel  
0.5 bis 15 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds  
9 bis 75 Gew.-% Cobuilder  
10 1.5 bis 31 Gew.-% Tensid  
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0066] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel  
1 bis 9 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds 12.5 bis 62 Gew.-% Cobuilder  
2 bis 19 Gew.-% Tensic  
15 15 ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0067] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel  
0.1 bis 60 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds  
0 bis 92 Gew.-% Cobuilder  
0 bis 53 Gew.-% bleichaktive Agenzien  
20 20 ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0068] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel  
0.5 bis 15 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds  
9 bis 75 Gew.-% Cobuilder  
1 bis 23 Gew.-% bleichaktive Agenzien  
25 25 ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0069] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel  
1 bis 9 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds 12.5 bis 62 Gew.-% Cobuilder  
5 bis 20 Gew.-% bleichaktive Agenzien  
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

30 [0070] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel  
0.1 bis 80 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds  
0 bis 92 Gew.-% Cobuilder  
0 bis 37 Gew.-% Tensic  
0 bis 53 Gew.-% bleichaktive Agenzien  
35 35 ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0071] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel  
0.5 bis 15 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds  
9 bis 75 Gew.-% Cobuilder  
1.5 bis 31 Gew.-% Tensid  
40 40 1 bis 23 Gew.-% bleichaktive Agenzien  
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0072] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel  
1 bis 9 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds 12.5 bis 62 Gew.-% Cobuilder  
2 bis 19 Gew.-% Tensic  
45 45 5 bis 20 Gew.-% bleichaktive Agenzien  
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0073] Bevorzugt handelt es sich bei dem Cobuilder um kristalline Auminoesikalte, monomer oder polymere Carbonsäuren, Phosphonate, Alkalicarbonate, Alkalihydroxide, Alkaliortho-, Alkalipyro-, Alkalopolyphosphate, kristalline Alkalischilikate mit einem Kristallgitter ohne Schichtstruktur und/oder feste oder flüssige amorphe Alkaliesikate  
50 50 [0074] Bevorzugt handelt es sich bei den bleichaktiver Agenzien um Perborat, Percarbonat, Persulfat, Bleichaktivatoren (z.B. TAED, Nitrilquats), Bleichkatalysatoren, organische Peroxide und/oder Enzyme, Geeignete Enzyme sind z.B. Oxidatoren, Peroxidäsen und Reduktasen  
55 55 [0075] Bevorzugt handelt es sich bei den Tensiden um anionische, kationische, nichtionische und/oder zwitterionische

Compoundenthalter sind. Besonders bevorzugt liegen sie in pressgranulierter, Normalpulver-, feingemahlener Pulver- oder feingemahlener Granulatform vor. Besonders bevorzugt können sie auch in Compounds mit Copolymer, anionischen oder nichtionischen Tensiden etc. enthalten sein.

5 [0078] Bei den vorgenannten Wasch- und Reinigungsmitteln kann das erfahrungsgemäße granulare Alkalischichtsilicat-Compound bevorzugt zu 0,1 bis 80 Gew.-% besonders bevorzugt zu 0,5 bis 15 Gew.-% bzw. zu 1 bis 9 Gew.-% enthalten sein.

10 [0079] Die erfahrungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds können erfahrungsgemäß Verwendung finden in Wasch- und Reinigungsmitteln. Die vorgenannten Wasch- und Reinigungsmittel Wasserentharter und Maschinengeschirrreiniger können in Pulverform, Granulatform und Tablettform eingesetzt werden.

15 [0080] Die erfahrungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds erzeugen in pulverformigen Wasch- und Reinigungsmitteln farbige Körner.

[0081] Bevorzugt sind hier pulverformige Voll-, Color- und Spezialwaschmittel. Vollwaschmittel sind ausgewogene Formulierungen mit dem Ziel einer möglichst hohen Waschwirkung. Colorwaschmittel sollen vor allem Farbtextilien schöner hinsichtlich Ausbeuten und Verwaschen der Farben und Verfilzen der Fasern. Spezialwaschmittel ziehen auf enge Anwendungsbereiche wie Fleckensalze, Gardinenwaschmittel, Wollwaschmittel und andere.

20 [0082] Die erfahrungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds können weiterhin Anwendung finden in Wasserenthärtern, die vor allem in Regionen mit hoher Wasserhärte einen leistungssteigernden Effekt auf das Waschergebnis und einen Schutzeffekt hinsichtlich der Waschmaschine besitzen.

25 [0083] Weitere Anwendungen für die erfahrungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds sind Maschinengeschirrreiniger. Hier sind sie vor allem wegen ihrer guten Schmutzdispersierung, ihrer hohen Alkalität und ihrer ausgezeichneten Schutzwirkung gegen Korrosion von Gläsern geeignet. Für Maschinengeschirrreinigeranwendungen werden bevorzugt schwach schäumende EO/PO-Addukte als Additive eingesetzt.

30 [0084] Bevorzugt sind auch tablettenförmige Wasch- und Reinigungsmittel z.B. Voll-, Color-, Spezialwaschmittel, Maschinengeschirrreiniger, Fleckensalze und/oder Wasserentharter. Die erfahrungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds erzeugen in tablettenförmigen Wasch- und Reinigungsmitteln farbige Sprengel. Eine weitere Ausgestaltung ist in Mehrphasentabs nur einzelne Anteile der Tablette mit Sprengeln zu versehen oder einzelne Anteile überwiegend oder vollständig homogen einzufärben.

35 [0085] Bei Tabletten kann die Form zylinderförmig, quaderförmig oder auch weitgehend beliebige geometrische Formen annehmen. Im Falle des Zylinders kann das Verhältnis von Radius zu Höhe zwischen 0,25 bis 4 zu 1 betragen. Der Pressdruck kann zwischen 12 und 0,3 kN/cm<sup>2</sup> betragen. Bevorzugt ist auch die mehrstufige Verpressung zur Erlangung von Mehrphasentabs. Hierbei werden beliebig viele Schichten in mehreren Schritten nacheinander aufeinander gepresst, so dass sich mehrere Schichten ergeben. Besonders bevorzugt ist bei zweischichtigen Tabletten ein Volumenverhältnis der beiden Schichten von 1 zu 10 bis 10 zu 1.

40 [0086] Bestimmung der Kornverteilung durch Siebanalyse  
In eine Siebmaschine der Fa. Retsch werden die Einsätze mit gewünschten Sieben eingesetzt. Dabei nimmt die Maschenweite der Siebe von oben nach unten ab. 50 g des zu untersuchenden Pulvers werden auf das weiteste Sieb aufgegeben. Durch die Schwingbewegung der Siebmaschine wird das Pulvermaterial durch die verschiedenen Siebe befördert. Die Rückstände auf den Sieben werden ausgewogen und rechnerisch auf die Masse einwogen bezogen. Aus den Werten kann der d<sub>50</sub>-Wert berechnet werden. Werte, die nach dieser Methode bestimmt wurden, sind in den Beispielen gekennzeichnet:

#### Bestimmung der Farbwerte

45 [0087] Als Farbmessgerät wird der Typ LCU 100 der Fa. Dr. LANGE eingesetzt. Die Farbwerte werden im System nach Hunter (CIE LAB System) angegeben. a-Werte gehen von 0 (schwarz) bis 100, wobei b-Werte von -b (rot) bis +b (grün) und b-Werte von -b (blau) bis +b (gelb). Je größer negativ der b-Wert also ist, desto intensiver ist das untersuchte Material.

#### Herstellung der Testwaschmittel

50 [0088] Die optischen Aufheller werden in einem Viertel der Alkylethoxylat (AE) Menge angefüllt und im Haushalt-Multimixer (Fa. Braun) mit der Hälfte der Soda bzw. Bicarbonatmenge gemischt. Im Prüfwascharmmischer der Fa. Leder wird der Restmenge Soda bzw. Bicarbonat und die Gesamtmengen Zeolith und Polymer 15 Minuten bei 300 U/M<sup>2</sup> geschüttelt.

ten vermischt

Tablettierung von Waschmitteln

5 [0089] Zur Tablettierung wird die Waschmittelformulierung gemischt und mit einer Tablettenpresse der Fa. Matra in die entsprechende Form gepresst. Der Pressdruck kann zwischen 12 und 0,3 kN/cm<sup>2</sup> betragen. Der Pressling hat die Maße Höhe 18mm Durchmesser 41 mm.

Herstellung der Maschinengeschirreiniger:

10 [0090] In einem Pflugscharmischer der Fa. Lödige wurden die festen Komponenten vorgelegt und gut gemischt. Dann wird das Alkylethoxylat aufgesprührt. Enzyme, Parfüm, Percarbonat oder Perborat und TAED werden zum Schluss untergemischt.

15 Beispiel 1 (Vergleich)

[0091] Es wurde ein Sprengmittelgranulat hergestellt, das 14,91 % Cellulose, 84,9 % Alkalischichtsilicat und 0,19 % Sandolan Blau E-HRL 180 enthielt. Der L-Wert betrug 61,4, der b-Wert -13,23.

20 Beispiel 2 (Vergleich)

[0092] In einem Telschig-Mischer wurden 900 kg SKS-6 Granulat mit 2,7 kg Sandolan Blau E-HRL 180 gemischt. Die Zusammensetzung dieser Vormischung und ihre analytischen Daten sind in der Tabelle 1 angegeben.

25 Beispiel 3 (Vergleich)

[0093] In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurde die Vormischung aus Beispiel 2 mit einer Lösung von Glycerin und Wasser vermischt und nachgetrocknet. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben.

30 Beispiel 4

[0094] In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurde eine trockene Vormischung, die wie in Beispiel 2 hergestellt wurde, mit einer Lösung von Genapol UD 110 und Wasser vermischt und nachgetrocknet. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Werte zeigen an, dass die Farbe deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1, 2 und 3.

35 Beispiel 5

40 [0095] In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurde eine trockene Vormischung, die wie in Beispiel 2 hergestellt wurde, mit einer Lösung von Genapol OA 080, Wasser und Isopropanol vermischt und nachgetrocknet. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Wert zeigen an, dass die Farbe deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1, 2 und 3.

45 Beispiel 6

[0096] In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurden direkt SKS-6 Granulat, Farbstoff und eine Lösung von Genapol UD 110 und Wasser miteinander vermischt und nachgetrocknet. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Wert zeigen an, dass die Farbe deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1, 2 und 3.

## EP 1 113 068 A2

mensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Wert zeigen an, dass die Farbe deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1, 2 und 3

### Beispiel 8

5 [0098] In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurde SKS-6 Granulat mit einer Lösung von Farbstoff, Genapol UD 110 und Wasser vermischt und nachgetrocknet. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Wert zeigen an, dass die Farbe deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1, 2 und 3

### Beispiel 9

10 [0099] In einem Freifallmischer der Fa. Hauff wurde eine Vormischung, die wie in Beispiel 2, nur mit weniger Farbstoff hergestellt wurde, mit einer erhöhten Menge einer Lösung von Genapol UD 110 und Wasser vermischt. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Wert zeigen an, dass die Farbe deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1, 2 und 3

### Beispiel 10

15 [0100] In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurde eine getrocknete Vormischung, die wie in Beispiel 2, nur mit weniger Farbstoff hergestellt wurde, mit einer erhöhten Menge einer Lösung von Genapol UD 110 vermischt. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Wert zeigen an, dass die Farbe trotz geringeren Farbstoffeinsatzes deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1, 2 und 3

### Beispiel 11

20 [0101] In einem Freifallmischer der Fa. Hauff wurde wie in Beispiel 9 eine Vormischung aus 900kg SKS-6 Granulat mit 1.8kg Sandolan MFBL (grün), die wie in Beispiel 2 hergestellt wurde, mit einer erhöhten Menge einer Lösung von Genapol UD 110 und Wasser vermischt. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten sind in Tabelle 1 angegeben.

### Beispiel 12

25 [0102] In einem Freifallmischer der Fa. Hauff wurde wie in Beispiel 9 eine Vormischung aus 900kg SKS-6 Granulat mit 1.8kg Vitasin chinolingelb 70 (gelb), die wie in Beispiel 2 hergestellt wurde, mit einer erhöhten Menge einer Lösung von Genapol OA 080, Isopropanol und Wasser vermischt. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten sind in Tabelle 1 angegeben.

### Beispiel 13

30 [0103] In einem Freifallmischer der Fa. Hauff wurde wie in Beispiel 9 eine Vormischung aus 900kg SKS-6 Granulat mit 1.8kg Sandolan NBG 126 (brillantrot), die wie in Beispiel 2 hergestellt wurde, mit einer erhöhten Menge einer Lösung von Genapol 2904, Isopropanol und Wasser vermischt. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten sind in Tabelle 1 angegeben.

### Beispiel 14

35 [0104] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 6 wurde ein Test-Vollwaschmittel mit 0.5% Alkalischichtsilikat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt.

### Beispiel 15

40 [0105] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 6 wurde ein Test-Vollwaschmittel mit 0.5% Alkalischichtsilikat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt.



EP 1 113 068 A2

Beispiel 29

[0117] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 3 wurde ein Test-Waschmittel mit 4 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

5

Beispiel 30

[0118] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 3 wurde ein Test-Waschmittel mit 7 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

10

Beispiel 31

[0119] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 3 wurde ein Test-Waschmittel mit 5 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

15

Beispiele 32 bis 37

20

[0120] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Maschinengeschirrreiniger" und den Rezepturen in Tabelle 4 wurden Maschinengeschirrreiniger mit unterschiedlichen Mengen Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 13 hergestellt

25

Beispiel 38

30

[0121] Ein Maschinengeschirrreiniger gel wurde hergestellt, indem man mit einem Dispergator (Ultraturrax Fa. Hanko und Kunkel) Wasserglas Phosphat Soda, Natrumhydroxid Phosphonat, Polymer, Alkansulfonat untermischt. Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 11 und Natriumhypochlorit werden zum Schluß kurz untergemischt (Tabelle 4).

35

40

45

50

5  
10  
15  
20  
25  
30  
35  
40  
45  
50

Tabelle 1

| Beispiele              | Einsatzmengen [kg] |       |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |
|------------------------|--------------------|-------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
|                        | 2 Vgl              | 3 Vgl | 4    | 5    | 6    | 7    | 8    | 9    | 10   | 11   | 12   | 13   |
| Schichtstoff Granulat  | 900                | 900   | 900  | 900  | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |
| Polymer                | -                  | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |
| Farbstoff              | Sandstein          | 2.7   | 2.7  | 2.7  | 2.7  | 3.5  | 2.7  | 1.8  | 1.4  | -    | -    | -    |
|                        | blau E-HRL         | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |
|                        | 180                | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |
|                        | Sandstein          | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |
|                        | MFPP               | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |
|                        | Vitamin            | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |
|                        | em gelb 70         | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |
|                        | Sandstein          | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |
|                        | NBG 125            | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |
| Additiv                | Glycerin           | -     | 6.3  | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |
|                        | Genapol            | -     | -    | 6.3  | -    | 6.3  | -    | 14   | 42.3 | 44   | -    | -    |
|                        | UD 110             | -     | -    | -    | 6.3  | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |
|                        | Genapol            | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |
|                        | UAA 080            | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |
|                        | Genapol            | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |
|                        | Wegrit             | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |
|                        | Folwerite          | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |
|                        | Oxyd               | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |
|                        | Wasser             | -     | 36   | 36   | 36   | -    | 36   | 50   | -    | 50   | 50   | 50   |
| Reaktion               | -                  | -     | -    | 153  | -    | -    | -    | -    | -    | -    | 22   | 22   |
| Produktzusammensetzung | -                  | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |
| Silicium               | 98.3               | 93.9  | 94.1 | 93.9 | 95.2 | 73.3 | 94.0 | 91.9 | 94.0 | 91.9 | 92.1 | 92.0 |

5 10 15 20 25 30 35 40 45 50

Tabelle 1 (fortgesetzt)

| Beispiel             | 2 Vgl. | 3 Vgl. | 4     | 5     | 6     | 7     | 8     | 9     | 10    | 11    | 12    | 13    |
|----------------------|--------|--------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Farbstoff            | 0.30   | 0.29   | 0.29  | 0.29  | 0.29  | 0.29  | 0.28  | 0.28  | 0.15  | 0.19  | 0.19  | 0.19  |
| Aditiv               | -      | 0.7    | 0.7   | 0.7   | 0.7   | 19.2  | 0.7   | 1.4   | 4.5   | 1.4   | 1.5   | 1.5   |
| Wasser               | 1.4    | 5.1    | 4.9   | 5.1   | 3.8   | 7.2   | 5.0   | 6.4   | 1.3   | 6.5   | 6.3   | 6.4   |
| Hunler <sup>1</sup>  | 60.1   | 57.3   | 51.2  | 48.9  | 49.5  | 50.1  | 43.9  | 45.6  | 45.6  | 66.8  | 81.4  | 47.5  |
| Hunler a             | 3.34   | 4.63   | 3.6   | 2.95  | 4.96  | 5.01  | 3.34  | 3.31  | 3.34  | 25    | 4.9   | 51.8  |
| Hunler b             | -13.5  | -12.9  | 22.7  | -23.2 | -21.6 | -22.8 | -23.4 | -26.7 | -26.7 | 8     | 24.2  | 14.6  |
| d <sub>50</sub> [mm] | 0.781  | 0.765  | 0.635 | 0.732 | 0.74  | 0.647 | 0.687 | 0.704 | 0.722 | 0.650 | 0.675 | 0.643 |
| >1.4 mm [%]          | 9.8    | 9.01   | 2.9   | 5     | 7.2   | 4.4   | 4.3   | 5.8   | 8.7   | 4.5   | 6.3   | 3.9   |
| <0.25mm [%]          | 0.41   | 0.8    | 7.1   | 3.1   | 4     | 7.6   | 9.4   | 6.5   | 1.4   | 9.7   | 8.8   | 9.9   |

Tabelle 2

| Beispiele      | 1.4<br>[%] | 15<br>[%] | 16<br>[%] | 17<br>[%] | 18<br>[%] | 19<br>[%] | 20<br>[%] | 21<br>[%] | 22<br>[%] |
|----------------|------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Zeolith A      | 34.5       | 24        | 24        | 24        | -         | -         | 30        | 40        | -         |
| Phosphnat 1    | -          | -         | -         | -         | -         | 25        | -         | -         | -         |
| SKS-6          | -          | 10.9      | 10.0      | -         | 50        | 10        | 10        | -         | -         |
| Cpd aus Bsp 9  | 0.5        | 0.1       | 1.0       | 1.1       | 1         | 0.2       | 1         | 1.5       | 9         |
| Polymer 1      | 3          | 3         | 3         | 3         | 3         | -         | 7.7       | -         | -         |
| Soda           | 16         | 16        | 16        | 16        | -         | -         | -         | 15        | 9         |
| Bicarbonat     | -          | -         | -         | -         | 9         | -         | 18        | 5         | -         |
| Perborat mh    | 18         | 18        | 18        | 18        | -         | -         | -         | -         | -         |
| Perborat th    | -          | -         | -         | -         | -         | 20        | -         | -         | -         |
| Percarbonat    | -          | -         | -         | -         | 18        | -         | -         | -         | 40        |
| TAED 1         | 5          | 5         | 5         | 5         | 5         | -         | -         | -         | 13        |
| LAS            | 9          | 9         | 9         | 9         | -         | 6.7       | 8         | -         | 5         |
| AE 1           | 4          | 4         | 4         | 4         | 4         | 2.0       | 10        | 2         | -         |
| AE2            | 4          | 4         | 4         | 4         | 4         | -         | -         | -         | -         |
| Seife          | 1          | 1         | 1         | 1         | 1         | -         | 1         | 2         | 1         |
| Antischwam     | 1          | 1         | 1         | 1         | 1         | 0.6       | 1         | -         | -         |
| Enzym 1        | 1.5        | 1.5       | 1.5       | 1.5       | 1.5       | 0.6       | 1.5       | -         | -         |
| Enzym 3        | 1.5        | 1.5       | 1.5       | 1.5       | 1.5       | 0.6       | 1.5       | -         | -         |
| Opt. Aufheller | 0.5        | 0.5       | 0.5       | 0.5       | 0.5       | 0.2       | -         | -         | -         |
| Phosphonat 1   | 0.5        | 0.5       | 0.5       | 0.5       | 0.5       | 0.1       | 0.2       | -         | -         |
| Citronensäure  | -          | -         | -         | -         | -         | -         | 2         | 5         | -         |
| PVP            | -          | -         | -         | -         | -         | -         | 1         | -         | -         |
| SRP            | -          | -         | -         | -         | -         | -         | 0.8       | -         | -         |
| CMC            | -          | -         | -         | -         | -         | -         | 1         | -         | -         |
| Sulfat         | -          | -         | -         | -         | -         | 34        | 7         | 9         | 23        |
| Dosierung [g]  | 72         | 72        | 72        | 72        | 72        | 135       | 72        | 30        | 40        |

Tabelle 3

| Beispiele     | 23<br>[%] | 24<br>[%] | 25<br>[%] | 26<br>[%] | 27<br>[%] | 28<br>[%] | 29<br>[%] | 30<br>[%] | 31<br>[%] |
|---------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Zeolith A     | -         | 15        | 15        | 31        | 31        | 31        | 30        | -         | -         |
| SKS-6         | 30        | 15        | 11.1      | 15        | 10        | -         | -         | 5         | -         |
| Cpd aus Bsp 9 | 0.1       | 1         | 5         | 0.2       | 1         | 5         | 4         | 7         | 5         |
| Polymer 1     | 4         | 4         | 4         | 5         | 5         | 5         | 3         | 2         | 2         |

EP 1 113 068 A2

Tabelle 3 (fortgesetzt)

| Beispiele      | 23<br>[%] | 24<br>[%] | 25<br>[%] | 26<br>[%] | 27<br>[%] | 28<br>[%] | 29<br>[%] | 30<br>[%] | 31<br>[%] |
|----------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Perborat th    | -         | -         | -         | -         | -         | -         | -         | -         | 2         |
| Percarbonat    | 12        | 12        | 12        |           | -         |           |           |           |           |
| TAED 1         | 4         | 4         | 4         | -         | -         | -         | -         | -         | -         |
| AS             | 7         | 7         | 7         | 10        | 30        | -         | 7         | 6         | -         |
| Alkansulfonat  | -         | -         | -         | -         | -         | -         | 9         | 5         | 8         |
| AE 1           | -         | -         | -         | 15        | 4         | 18        | 3         | -         | 4         |
| AE2            | -         | -         | -         | 10        | 3         | -         | -         | -         | -         |
| AE 3           | 4         | 4         | 3         | -         | -         | -         | -         | -         | -         |
| Seife          | -         | -         | -         | -         | -         | 13        | -         | -         | -         |
| Enzym 1        | -         | -         | -         | 1.5       | 0.5       | 0.5       | 0.2       | -         | -         |
| Enzym 3        | -         | -         | -         | 1.5       | 0.5       | 0.5       | 0.3       | -         | -         |
| Opt. Aufheller | -         | -         | -         | -         | 0.5       | -         | -         | -         | -         |
| Citronensäure  | 6         | 6         | 15        | -         | -         | -         | -         | -         | -         |
| Sulfat         | -         | -         | 10        | 5.8       | 4.5       | 12        | 4         | -         | -         |
| Chlorid        | -         | -         | -         | -         | -         | -         | -         | 46        | -         |
| Cellulose      | -         | 7         | -         | -         | -         | -         | -         | -         | -         |
| Acetat th      | 15.9      | 8.0       | -         | -         | -         | -         | -         | -         | -         |
| Dosierung [g]  | 2*40      | 2*40      | 2*40      | 0.5g/l    | 0.5g/l    | 0.5g/l    | 80        | 80        | 150       |

Tabelle 4

| Beispiele       | 32<br>[%] | 33<br>[%] | 34<br>[%] | 35<br>[%] | 36<br>[%] | 37<br>[%] | 38<br>[%] |
|-----------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Phosphat 2      |           |           | 25        | 47        | 20        | -         |           |
| Phosphat 3      | -         | -         | -         | -         | -         | -         | 22        |
| Metasilicat ph  | -         | -         | -         | -         | 47        | -         | -         |
| SKS-6           | 19.5      | 40        | 13        | -         | -         | -         | 5         |
| Cod. aus Bsp. 9 | 0.5       | 1         | 2         | 8         | 3         | 80        | 1         |
| Soda            | 23        | 33        | 30        | 25        | 17        | -         | -         |
| Natriumhydroxid | -         | -         | -         | -         | 8         | -         | -         |
| Citra th        | 30        | 35        | -         | -         | -         | -         | -         |
| Percarbonat     | 10        | 10        | -         | -         | -         | 18        | -         |
| Perborat mh     | -         | -         | 10        | 10        | -         | -         | -         |
| NaDCC           | -         | -         | -         | -         | 1         | -         | -         |
| Polymer 2       | 7         | 7         | 7         | 3         | -         | -         | -         |
| Fluorid         | -         | -         | -         | -         | -         | -         | 2         |

## EP 1 113 068 A2

Tabelle 4 (fortgesetzt)

|    | Beispiele     | 32<br>[%] | 33<br>[%] | 34<br>[%] | 35<br>[%] | 36<br>[%] | 37<br>[%] | 38<br>[%] |
|----|---------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| 5  | Enzym 4       | 2         | 2         | 2         | 2         | -         | -         | -         |
|    | AE4           | 15        | 15        | 15        | 15        | 4         | 2         |           |
|    | Parfum        | 05        | 05        | 05        | 05        | -         | -         | -         |
| 10 | Phosphonat 2  | -         | -         | -         | -         | -         | -         | 1         |
|    | Alkansulfonat | -         | -         | -         | -         | -         | -         | 2         |
|    | Wasserglas    | -         | -         | -         | -         | -         | -         | 36        |
|    | Hypochlorit   | -         | -         | -         | -         | -         | -         | 9         |
| 15 | Sulfat        | -         | -         | 6         | -         | -         | -         | -         |
|    | Wasser        | -         | -         | -         | -         | -         | -         | 20        |
|    | Dosierung (g) | 20        | 20        | 20        | 20        | 2 g/l     | 60        | 40        |

20 Eingesetzte Substanzen

## [0122]

|    |                     |   |
|----|---------------------|---|
| 25 | AE 1                | Genapol OAA 080. Fa. Clariant                   |
|    | AE 2                | Genapol OAA 040. Fa. Clariant                   |
|    | AE 3                | Genagen 81MEE100 Fa. Clariant                   |
|    | AE 4                | Genapol 2822. Fa. Clariant                      |
|    | Acetat th.          | Natriumacetattrihydrat. Fa. Riedel-de Haen      |
| 30 | Alkansulfonat.      | Hostapur SAS 60. Fa. Clariant                   |
|    | Antischäum:         | 11 Plv.ASP3. Fa. Wacker                         |
|    | Bicarbonat:         | Fa. Solvay                                      |
|    | Citrat th:          | Trinatriumcitrat tr.hydriat. Fa. Jungbunzlauer  |
|    | Citronensäure:      | von Fa. Jungbunzlauer                           |
| 35 | Cellulose:          | Arbocell. Fa. Rettenmaier                       |
|    | CMC:                | Tylose 2000. Fa. Clariant                       |
|    | Enzym 1:            | Termamyl 60T Fa. Solvay Enzymes                 |
|    | Enzym 2             | Termamyl 120T. Fa. Solvay Enzymes               |
|    | Enzym 3             | Savinase 6.0 TW. Fa. Solvay Enzymes             |
| 40 | Enzym 4             | Savinase 6.0 TW. Fa. Solvay Enzymes             |
|    | Hypochlorit:        | Natriumhypochlorit. Celanese GmbH               |
|    | LAS                 | Marlon ARL. Fa. Hüls                            |
|    | Metasilicat ph      | Metasilicat pentahydrat. Fa. van Baerle         |
|    | NADCC               | Natriumdichlorodisocyanurat. Fa. Olin Chemicals |
| 45 | Natriumchloric      | Fa. Merck KGaA                                  |
|    | Natriumnycroxid     | Microprils 100%. Fa. Riedel-de Haen             |
|    | Optischer Aufheller | Tinopal CBS-X. Fa. Ciba                         |
|    | Parfüm              | Citronerparfum 78122D. Fa. Orissa               |
|    | Perborat mh         | Perboratmonohydrat. Fa. Degussa                 |
|    | Perborat th         | Perborat tetrahydriat. Fa. Degussa              |
| 50 | Percarbonat         | Oxyper C. Fa. Solvay Interox                    |
|    | Phosphat 1          | Natriumtripolyphosphat von Fa. Thermphos Int'l  |
|    | Phosphat 2          | Makrophos 1018. Fa. BK Giulini                  |
|    | Phosphat 3          | Thermphos NW crob                               |

|              |   |
|--------------|---|
| Polymer 3    | Sokalan CP5 flüssig Fa. BASF                      |
| PVP          | Polyvinylpyrrolidin Sokalan HP50 Fa. BASF         |
| Seife        | Liga Grundseife HM11E                             |
| Soda         | Schwertsoda Fa. Matthes&Weber                     |
| 5 SRP        | Soil release Polymer SRC 1. Fa. Clariant          |
| Sulfat       | vcn Fa. Solvay                                    |
| TAED 1       | TAED 4049 Fa. Clariant                            |
| TAED 2       | TAED 3873. Fa. Clariant                           |
| Wasserglas   | 45 5% Aktivsubstanz Modul 2 0 Fa. Clariant France |
| 10 Zeolith A | Wessalith P Fa. Degussa                           |

## Patentansprüche

15 1. Granulares Alkalischichtsilicat-Compound dadurch gekennzeichnet daß es ein kristallines Alkalischichtsilicat  
einen Farbstoff und ein Additiv enthält

20 2. Granulares Alkalischichtsilicat-Compound nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet daß es 68-99.79 Gew.-%  
Alkalischichtsilicat 0.01-2 Gew.-% Farbstoff, 0.1-15 Gew.-% Additive und 0.1-15 Gew.-% Wasser enthält

25 3. Granulares Alkalischichtsilicat-Compound nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet daß es 84-98.95 Gew.-%  
Alkalischichtsilicat 0.05-1 Gew.-% Farbstoff, 0.5-5 Gew.-% Additive und 0.5-10 Gew.-% Wasser enthält

4. Granulares Alkalischichtsilicat-Compound nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3 dadurch gekenn-  
zeichnet, daß es sich bei dem Farbstoff um einen oxidationsstabilen und/oder alkalistabilen Farbstoff und/oder  
Pigmente handelt.

5. Granulares Alkalischichtsilicat-Compound nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4 dadurch gekenn-  
zeichnet, daß es sich bei den Additiven um Alkylalkoxylate, Gluconamide, Alkylpolyglycoside, Alkylesteralkoxylate,  
30 Oligoglycole, Polyglycole, Monoalkylglycoether, Monoalkyloligoglycoether, Monoalkylpolyglycoether, Dialkylgly-  
coether, Dialkyloligoglycoether, Dialkylpolyglycoether, Oligocarboxylate und/oder Polycarboxylate handelt

6. Granulares Alkalischichtsilicat-Compound nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5 dadurch gekenn-  
zeichnet, daß es sich bei den Alkylalkoxylaten um Alkylethoxylate und/oder EO-PO-Alkoxylate handelt

35 7. Granulares Alkalischichtsilicat-Compound nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6 dadurch gekenn-  
zeichnet, daß es einen mittleren Teilchendurchmesser von 400 bis 900  $\mu$ m aufweist

8. Verfahren zur Herstellung eines granularen Alkalischichtsilicat-Compounds nach einem oder mehreren der An-  
sprüche 1 bis 7 dadurch gekennzeichnet, daß man ein Alkalischichtsilicat mit einem Farbstoff mischt und an-  
schließend ein Additiv aufsprüht und wahlweise nachtrocknet

40 9. Verfahren zur Herstellung eines granularen Alkalischichtsilicat-Compounds nach Anspruch 7 dadurch gekenn-  
zeichnet, daß man das Additiv in Mischung mit Wasser und/oder einem Lösungsvolumen aufsprüht und wahlweise  
nachtrocknet

10. Wasch- und Reinigungsmittel enthaltend ein granularen Alkalischichtsilicat-Compound nach einem oder mehreren  
der Ansprüche 1 bis 7

45 11. Wasch- und Reinigungsmittel nach Anspruch 10 dadurch gekennzeichnet, daß es

0.1 bis 80 Gew.-% des granularen Alkalischichtsilicat Compounds  
0 bis 92 Gew.-% Cobuilder

**EP 1 113 068 A2**

12. Wasch- und Reinigungsmittel nach Anspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, daß es in Tablettform vorliegt

5

10

15

20

25

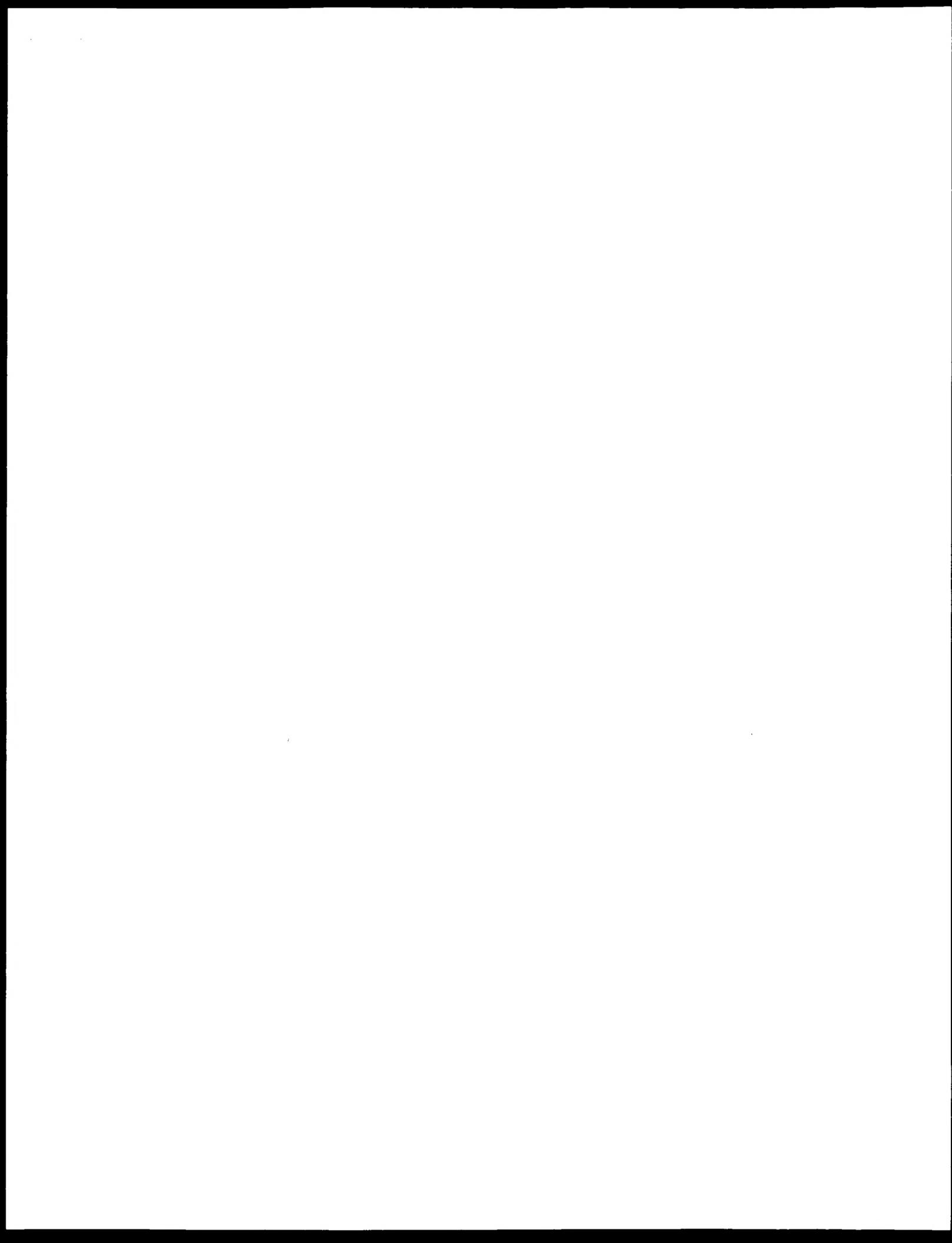
30

35

40

45

50





(19)

Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 1 113 068 A3

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(88) Veröffentlichungstag A3  
19.12.2001 Patentblatt 2001/51

(51) Int Cl. C11D 3/12, C11D 3/40  
// C11D17/00

(43) Veröffentlichungstag A2  
04.07.2001 Patentblatt 2001/27

(21) Anmeldenummer 00126667.5

(22) Anmeldetag 05.12.2000

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE TR  
Benannte Erstreckungsstaaten:  
AL LT LV MK RO SI

(30) Priorität 16.12.1999 DE 19960744

(72) Erfinder:

- Bauer, Harald, Dr.  
50170 Kerpen (DE)
- Holz, Josef, Dr.  
50374 Erftstadt (DE)
- Schimmel, Günther, Dr.  
50374 Erftstadt (DE)

(71) Anmelder: Clariant GmbH  
65929 Frankfurt am Main (DE)

### (54) Granulares Alkalischichtsilicat-Compound

(57) Die Erfindung betrifft ein granulares Alkalischichtsilicat-Compound, dadurch gekennzeichnet, daß es ein kristallines Alkalischichtsilikat einen Farb-

stoff und ein Additiv enthält. Die Erfindung betrifft auch ein Verfahren zu seiner Herstellung sowie Wasch- und Reinigungsmittel, die ein solches granulares Alkalischichtsilicat-Compound enthalten.

A3

EP 1 113 068 A3



Europäisches  
Patentamt

## EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung  
EP 00 12 6667

| EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE |   |                      |   |
|------------------------|---|----------------------|---|
| Kategorie              | Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile   | Betrifft<br>Anspruch | KLASSIFIKATION DER<br>ANMELDUNG (Int. CL.7) |
| X                      | GB 2 199 338 A (UNILEVER PLC)<br>6. Juli 1988 (1988-07-06)<br>* Seite 3, Absätze 1,2 *<br>* Seite 4 – Seite 8, Zeile 17; Ansprüche<br>1-4; Beispiele 1,2 *<br>---   | 1-5,7-11             | C11D3/12<br>C11D3/40<br>//C11D17/00         |
| X                      | US 5 654 265 A (KURODA M, SAKAMATO Y,<br>OTANI Y) 5. August 1997 (1997-08-05)<br>* Spalte 2, Zeile 24 – Zeile 35; Ansprüche<br>1,7,10,12 *  | 1-5                  |   |
| X                      | DATABASE WPI<br>Section Ch, Week 198621<br>Derwent Publications Ltd., London, GB;<br>Class A81, AN 1986-133907<br>XP002176296<br>& JP 61 069900 A (KAO CORP),<br>10. April 1986 (1986-04-10)<br>* Zusammenfassung * | 1                    |   |
| X                      | EP 0 737 739 A (PROCTER & GAMBLE)<br>16. Oktober 1996 (1996-10-16)<br>* Seite 2, Zeile 29 – Zeile 33 *<br>* Seite 3, Zeile 22 – Seite 4, Zeile 17 *<br>---  | 1                    | RECHERCHIERTE<br>SACHGEBiete (Int. CL.7)    |
| X                      | EP 0 336 635 A (UNILEVER PLC ;UNILEVER NV<br>(NL)) 11. Oktober 1989 (1989-10-11)<br>* Spalte 2, Zeile 24 – Zeile 35 *<br>* Spalte 1 – Spalte 2, Zeile 25; Ansprüche<br>1,7,8 *<br>* Ansprüche 1,7,10,12 *           | 1                    | C11D  |
| X                      | US 4 271 030 A (BRIERLEY JOHN M ET AL)<br>2. Juni 1981 (1981-06-02)<br>* Spalte 1, Zeile 9 – Zeile 36 *<br>* Spalte 5, Zeile 25 – Spalte 6, Zeile 57;<br>Ansprüche 1,3 *  | 1                    |   |
|                        |   | ---                  | -/-   |

Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt

Rechercheberichterstatter: Giese, H-H

MÜNCHEN

16. Oktober 2001

Giese, H-H

## KATEGORIE DER GENANnten DOKUMENTE

✓ von besonderer Bedeutung an den betrachteten  
Ansprüchen Beziehung zur Verarbeitung

✓ der in Anwendung zugrunde liegende Recherchenbericht basiert  
auf älteren Patentdokumenten, das jedoch erst später  
nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist  
✓ in der Anmeldung angeführtes Dokument



| EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE  |  |                        |  |
|---|--|------------------------|--|
| Kategorie   | Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile  | Betitl.<br>Anspruch    | KLASSIFIKATION DER<br>ANMELDUNG (Int.Cl.7) |
| X   | US 3 931 037 A (HALL RANDALL BRIAN)<br>6. Januar 1976 (1976-01-06)<br>* Spalte 1 - Spalte 3; Ansprüche 1,2;<br>Beispiele +<br>---  | 1                      |  |
| P, X  | WO 00 27980 A (THE PROCTER & GAMBLE<br>COMPANY) 18. Mai 2000 (2000-05-18)<br>* Seite 2, Absätze 2,3; Ansprüche<br>1,3,4,6,8,9,11,12 *<br>* Seite 3, Absätze 2,3; Beispiele *<br>---  | 1-12                   |  |
| P, X  | WO 00 58435 A (HENKEL KGAA)<br>5. Oktober 2000 (2000-10-05)<br>* Seite 2. Absatz 5 - Seite 7, Absatz 3;<br>Ansprüche 11,16 *<br>* Seite 22, Absatz 3 - Seite 23, Absatz 2<br>*<br>---  | 1-7,<br>10-12          |  |
| A   | DE 26 26 383 A (BAERLE & CO CHEM FAB VAN)<br>22. Dezember 1977 (1977-12-22)<br>* Anspruch 1; Beispiele *<br>---  | 8,9                    | RECHERCHIERTE<br>SACHGEBiete (Int.Cl.7)    |
| A   | US 4 965 015 A (HEYBOURNE MICHAEL J H ET<br>AL) 23. Oktober 1990 (1990-10-23)<br>* Spalte 1, Zeile 23 - Zeile 29 *<br>* Spalte 2, Zeile 7 - Zeile 12 *<br>* Spalte 5, Zeile 36 - Spalte 6, Zeile 61;<br>Anspruch 1; Beispiele 3-6 *<br>--- | 1,8                    |  |
| A   | US 4 715 979 A (MOORE JEFFREY E ET AL)<br>29. Dezember 1987 (1987-12-29)<br>* Spalte 7, Zeile 21 - Zeile 28 *<br>---   | 1                      |  |
| Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt   |  |                        |  |
| Name des Rechters   |  | Anschrift des Rechters | Rechtsform                                 |
| MÜNCHEN   |  | 16. Oktober 2001       | Giese, H-H                                 |
| KATEGORIE DER GENANnten DOKUMENTE   |  |                        |  |
| X von besonderer Bedeutung, allein behauptet<br>Y von besonderer Bedeutung, in Verbindung mit einer<br>anderen Veröffentlichung, beweisende Kategorie   |  |                        |  |
| I der Erfindung zugrunde liegende Theorie, oder Grundsätze<br>eines Patentdokuments, das jedoch erst am Ende<br>nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist<br>II in der Anmeldung angeführtes Dokument<br>III auf anderen Gründen angeführtes Dokument |  |                        |  |

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT  
ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP CO 12 6657

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilie der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.  
Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am  
Diese Angaben dienen nur zur Orientierung und erfolgen ohne Gewähr.

16-10-2001

| Im Recherchenbericht<br>angeführtes Patentdokument |   | Datum der<br>Veröffentlichung | Mitglieder) der<br>Patentfamilie   |   | Datum der<br>Veröffentlichung  |
|--|---|-------------------------------|--|---|--|
| GB 2199338   | A | 06-07-1988                    | KEINE  |   |  |
| US 5654265   | A | 05-08-1997                    | AU<br>DE<br>DE<br>EP<br>ES<br>JP<br>JP   | 3518193 A<br>69312987 D1<br>69312987 T2<br>0560395 A1<br>2104980 T3<br>2635279 B2<br>6010000 A  | 16-09-1993<br>18-09-1997<br>15-01-1998<br>15-09-1993<br>16-10-1997<br>30-01-1997<br>18-01-1994   |
| JP 61069900  | A | 10-04-1986                    | JP<br>JP   | 2087402 C<br>6080160 B  | 02-09-1996<br>12-10-1994   |
| EP 0737739   | A | 16-10-1996                    | GB<br>EP<br>US   | 2299956 A<br>0737739 A2<br>6221430 B1   | 23-10-1996<br>16-10-1995<br>24-04-2001   |
| EP 0336635   | A | 11-10-1989                    | AT<br>AU<br>DE<br>DE<br>EP<br>JP<br>ZA   | 102647 T<br>3223389 A<br>68913575 D1<br>68913575 T2<br>0336635 A1<br>1299898 A<br>8902357 A   | 15-03-1994<br>05-10-1989<br>14-04-1994<br>16-06-1994<br>11-10-1989<br>04-12-1989<br>28-12-1990   |
| US 4271030   | A | 02-06-1981                    | AU<br>BR<br>CA<br>CH<br>DE<br>DK<br>ES<br>FI<br>FR<br>GR<br>IE<br>IT<br>JP<br>JP<br>LU<br>NL<br>NZ<br>PT<br>SE<br>SF | 4160378 A<br>7807568 A<br>1110408 A1<br>638831 A5<br>2849225 A1<br>513278 A<br>475215 A1<br>783502 A .B.<br>2409303 A1<br>65593 A1<br>47586 B1<br>1160940 B<br>5408889 A<br>60039120 B<br>80542 A1<br>7811311 A .B.<br>188897 A<br>68793 A<br>441276 B<br>7811896 A | 24-05-1979<br>24-07-1979<br>13-10-1981<br>14-10-1983<br>23-05-1979<br>19-05-1979<br>16-07-1980<br>19-05-1979<br>15-06-1979<br>14-10-1980<br>02-05-1984<br>11-03-1987<br>14-07-1979<br>04-09-1985<br>15-06-1979<br>22-05-1979<br>23-01-1981<br>01-12-1973<br>23-09-1985<br>19-05-1979 |

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT  
ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 00 12 6667

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchebericht angeführten Patentdokumente angegeben.  
Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am  
Diese Angaben dienen nur zur Orientierung und erfolgen ohne Gewähr.

16-10-2001

| im Recherchebericht<br>angeführtes Patentdokument |   | Datum der<br>Veröffentlichung | Mitglieder) der<br>Patentfamilie |               | Datum der<br>Veröffentlichung |
|---|---|-------------------------------|----------------------------------|---------------|-------------------------------|
| US 427103C  | A |                               | BE                               | 872104 A1     | 17-05-1979                    |
|   |   |                               | GB                               | 2015603 A , B | 12-09-1979                    |
|   |   |                               | ZA                               | 7806485 A     | 25-06-1980                    |
| US 3931037  | A | 06-01-1976                    | CA                               | 980957 A1     | 06-01-1976                    |
|   |   |                               | DE                               | 2257163 A1    | 30-05-1973                    |
|   |   |                               | FR                               | 2161106 A1    | 06-07-1973                    |
|   |   |                               | GB                               | 1375108 A     | 27 11 1974                    |
|   |   |                               | NL                               | 7215948 A     | 29-05-1973                    |
|   |   |                               | BE                               | 791891 A1     | 24-05-1973                    |
|   |   |                               | ES                               | 408983 A1     | 16-10-1975                    |
|   |   |                               | IE                               | 36844 B1      | 02-03-1977                    |
|   |   |                               | IT                               | 971216 B      | 30-04-1974                    |
|   |   |                               | JP                               | 48060705 A    | 25-08-1973                    |
|   |   |                               | PH                               | 10985 A       | 18-10-1977                    |
|   |   |                               |                                  |               |                               |
|   |   |                               |                                  |               |                               |
| WO 0027980  | A | 18-05-2000                    | GB                               | 2343456 A     | 10-05-2000                    |
|   |   |                               | AU                               | 1238900 A     | 29-05-2000                    |
|   |   |                               | BR                               | 9915124 A     | 31-07-2001                    |
|   |   |                               | EP                               | 1124930 A1    | 22-08-2001                    |
|   |   |                               | WO                               | 0027980 A1    | 18-05-2000                    |
| WO 0058435  | A | 05-10-2000                    | DE                               | 19942796 A1   | 05-10-2000                    |
|   |   |                               | AU                               | 3290300 A     | 16-10-2000                    |
|   |   |                               | WO                               | 0058435 A1    | 05-10-2000                    |
| DE 2626383  | A | 22-12-1977                    | DE                               | 2626383 A1    | 22-12-1977                    |
|   |   |                               |                                  |               |                               |
| US 4965015  | A | 23-10-1990                    | AU                               | 583196 B2     | 20-04-1989                    |
|   |   |                               | AU                               | 7843787 A     | 21-04-1988                    |
|   |   |                               | BR                               | 8704820 A     | 17-05-1988                    |
|   |   |                               | CA                               | 1296234 A1    | 25-02-1992                    |
|   |   |                               | DE                               | 3778262 D1    | 21-05-1992                    |
|   |   |                               | EP                               | 026097 A2     | 23-03-1988                    |
|   |   |                               | ES                               | 2037089 T3    | 16-06-1993                    |
|   |   |                               | JP                               | 7068554 B     | 26-07-1995                    |
|   |   |                               | JP                               | 63099297 A    | 30-04-1988                    |
|   |   |                               | KR                               | 9502354 B1    | 16-03-1995                    |
|   |   |                               | TR                               | 25687 A       | 15-06-1993                    |
|   |   |                               | ZA                               | 8707038 A     | 30-05-1989                    |
|   |   |                               |                                  |               |                               |
|   |   |                               |                                  |               |                               |
| US 4715979  | A | 29-12-1987                    | AU                               | 582519 B2     | 23-03-1989                    |
|   |   |                               | AU                               | 6359786 A     | 16-04-1987                    |
|   |   |                               | CA                               | 1275019 A1    | 09-10-1990                    |
|   |   |                               | DE                               | 3688821 D1    | 09-09-1993                    |
|   |   |                               | DE                               | 3688821 D1    | 10-03-1993                    |

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT  
ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 00 12 6667

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.  
Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am  
Diese Angaben dienen nur zur Orientierung und erfolgen ohne Gewähr.

16-10-2001

| im Recherchenbericht<br>angeführtes Patentdokument | Datum der<br>Veröffentlichung | Mitglied(er) der<br>Patentfamilie                 | Datum der<br>Veröffentlichung                        |
|--|-------------------------------|---|--|
| US 4715979 A                                       | EP<br>JP<br>JP<br>NZ          | 0220024 A2<br>7116476 B<br>62169900 A<br>217877 A | 29-04-1987<br>13-12-1995<br>27-07-1987<br>27-10-1989 |



(19)

Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 1 113 068 A9

(12)

## KORRIGIERTE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

Hinweis Bibliographie entspricht dem neuesten Stand

(15) Korrekturinformation

Korrigierte Fassung Nr. 1 (W1 A2)  
Korrekturen, siehe Seite(n) 3, 13-17

(51) Int Cl? C11D 3/12, C11D 3/40

// C11D17/00

(48) Corrigendum ausgegeben am:

05.12.2001 Patentblatt 2001/49

(43) Veröffentlichungstag

04.07.2001 Patentblatt 2001/27

(21) Anmeldenummer: 00126667.5

(22) Anmeldetag: 05.12.2000

(84) Benannte Vertragsstaaten:

AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE TR

Benannte Erstreckungsstaaten:

AL LT LV MK RO SI

(30) Priorität: 16.12.1999 DE 19960744

(71) Anmelder: Clariant GmbH

65929 Frankfurt am Main (DE)

(72) Erfinder:

- Bauer, Harald, Dr.  
50170 Kerpen (DE)
- Holz, Josef, Dr.  
50374 Erftstadt (DE)
- Schimmel, Günther, Dr.  
50374 Erftstadt (DE)

### (54) Granulares Alkalischichtsilicat-Compound

(57) Die Erfindung betrifft ein granulares Alkalischichtsilicat-Compound dadurch gekennzeichnet, daß es ein kristallines Alkalischichtsilikat einen Farb-

stoff und ein Additiv enthält. Die Erfindung betrifft auch ein Verfahren zu seiner Herstellung sowie Wasch- und Reinigungsmittel, die ein solches granulares Alkalischichtsilicat-Compound enthalten

A9

EP 1 113

**Beschreibung**

[0001] Die Erfindung betrifft ein granulares Alkalischichtsilicat-Compound, ein Verfahren zu seiner Herstellung sowie ein Wasch- und Reinigungsmittel, die ein solches granulares Alkalischichtsilicat-Compound enthalten.

[0002] DE 199 43 237 A1 beschreibt celulosehaltige Cogranulate aus Alkalischichtsilikaten und Sprengstoffen, die gegebenenfalls eingefärbt sein können. Diese Cogranulate werden als Waschmittelbuilder eingesetzt.

[0003] Waschmittelbuilder erfüllen eine Vielzahl von Funktionen. Darunter sind besonders die Entfernung oder Herabsetzung von Wasserhärte und die Lieferung von Alkalität, d.h. die Heraufsetzung des pH-Wertes in der Waschlauge zu nennen. Die Entfernung der im Leitungswasser vorhandenen Wasserhärte ist wichtig, da sie bei den üblichen insbesondere höheren Waschtemperaturen an Heizstäben, Waschmaschinenwänden und an Textilien anorganische Verkrustungen ("Inkrustierungen") verursacht und die häufig eingesetzter anionischen Tenside in Form von sogenannten Kalkseifen zur Ausfällung bringen. Dies hat zum einen eine Minderung der Waschkraft zur Folge und ergibt andererseits nach nur wenigen Waschgängen einen Grauschleier auf der Wäsche. Anorganische Inkrustierungen bestehen aus in Form von Calciumcarbonat ausgefällter Wasserhärte bzw. aus abgelagerten Resten ungelöster Waschmittelbuilderanteile. Die (erwünschte) Erhöhung des pH-Wertes in der Waschlösung hat zur Folge, dass Schmutzpartikel eine höhere Oberflächenladung erhalten und so leichter vom Gewebe zu entfernen sind.

[0004] Nach dem Stand der Technik werden Waschmittelbestandteile, dies betrifft insbesondere die Builderkomponente, durch den Zusatz von Farbstoffen für verschiedene Zwecke eingefärbt. Eine besonders hohe Farbstärke des Produkts kann dabei nur durch entsprechende Erhöhung des Farbstoffanteils erreicht werden. Nachteilig ist hierbei, daß Reste der Farbstoffe in der Waschlauge verbleiben können und zu der Anfärbung von Textilien bzw. Belastung der Umwelt führen. Überraschenderweise wurde nun gefunden, dass sich Alkalischichtsilicate durch eine geeignete Wahl von Additiven in Kombination mit Farbstoffen besonders farbintensiv einfärben lassen, ohne dass der Farbstoffanteil im Produkt wesentlich erhöht wird.

[0005] Es ist daher Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein granulares Alkalischichtsilicat-Compound zur Verfügung zu stellen, das gegenüber dem Stand der Technik eine besonders hohe Farbintensität besitzt.

[0006] Diese Aufgabe wird gelöst durch ein granulares Alkalischichtsilicat-Compound der eingangs genannten Art, dadurch gekennzeichnet, daß es ein kristallines Alkalischichtsilicat, einen Farbstoff und ein Additiv enthält.

[0007] Bevorzugt enthält das erfindungsgemäße granulare Alkalischichtsilicat-Compound

30 68-99.79 Gew.-% Alkalischichtsilicat  
0.01-2 Gew.-% Farbstoff  
0.1-15 Gew.-% Additive  
0.1-15 Gew.-% Wasser

35 [0008] Besonders bevorzugt enthält das erfindungsgemäße granulare Alkalischichtsilicat-Compound

84-98.95 Gew.-% Alkalischichtsilicat  
0.05-1 Gew.-% Farbstoff  
0.5-5 Gew.-% Additive  
0.5-10 Gew.-% Wasser

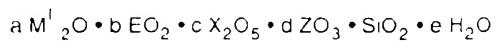
[0009] Bevorzugte Alkalischichtsilicate, die vorzuherrschen zur Herstellung des erfindungsgemäßen Compounds eingesetzt werden können, sind solche der Formel  $NaMSi_xO_{2x+y}H_2O$ , wobei M "Natrium" oder "Wasserstoff" bedeutet, x eine Zahl von 1-9 bis 4 und y eine Zahl von 0 bis 20 ist und bevorzugte Werte für x 2-3 oder 4 sind. Derartige Schichtsilicate werden in der EP-B-0 164 514 beschrieben. Auf die hier ausdrücklich Bezug genommen wird. Bevorzugte Schichtsilicate sind auch solche, in denen M für Natrium steht und x die Werte 2 oder 3 annimmt. Insbesondere sind erwähnenswert das  $\delta$ -Natriumdisilicat  $Na_2Si_2O_5 \cdot yH_2O$  bevorzugt, wobei  $\delta$ -Natriumdisilicat beispielsweise nach dem Verfahren erhalten werden kann, das in der WO A-91/08171 beschrieben ist.  $\delta$ -Natriumdisilicat ist unter der Bezeichnung SKS-7  $\delta$ -Natriumdisilicat ist unter der Bezeichnung TMSKS-6 im Handel erhältlich (Produkte der Ciba-Geigy).

[0010] Weitere Schichtsilicate, die bevorzugt zur Herstellung des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds eingesetzt werden können, sind in der DE A 198 30 591 beschrieben. Es handelt sich dabei um ein festeiges kristallines schichtförmiges Natriumdisilicat der Formel  $NaMSi_xO_{2x+1-y}H_2O$ , wobei M "Natrium" oder "Wasserstoff" bedeutet.

EP 1 113 068 A9 (W1A2)

$x\text{Na}_2\text{O} \cdot y\text{SiO}_2 \cdot z\text{P}_2\text{O}_5$  mit dem Verhältnis x zu y von 0,35 bis 0,6, dem Verhältnis x zu z von 1,75 bis 1200 und dem Verhältnis von y zu z von 4 bis 2800. Diese phosphorhaltigen Schichtsilicate mit hoher Kristallinität und einem sehr hohen Calciumbindevermögen werden ebenfalls bevorzugt zur Herstellung des erfindungsgemäßen Compounds eingesetzt.

5 [0012] Erfindungsgemäß eingesetzt werden auch kristalline Alkalischichtsilicate der allgemeinen Formel



10 in der  $\text{M}^{\text{I}}$  ein Alkalimetall, E ein Element der vierten Hauptgruppe, X ein Element der fünften Hauptgruppe und Z ein Element der sechsten Hauptgruppe des Periodensystems bedeuten und weiterhin gilt

0,25 ≤ a ≤ 6,25

2,5 · 10<sup>-4</sup> ≤ b ≤ 5,63

15 0 ≤ c ≤ 2,81

0 ≤ d ≤ 5,63

0 ≤ e ≤ 15,3

[0013] Hierbei sind solche kristallinen Alkalischichtsilicate bevorzugt, die einen gewissen Gehalt an Phosphor,

20 Schwefel und/oder Kohlenstoff aufweisen

[0014] Geeignete Silicate sind aber auch hochalkalische kristalline Natriumsilicate der Zusammensetzung



25

wobei x eine Zahl zwischen 1,2 und 2,1 und y eine Zahl zwischen 0 und 20 ist und das hochalkalische kristalline Natriumsilicat zu 70 bis 98 Gew.-% aus schichtförmigen Dinatriumdisilicaten und zu 2 bis 30 Gew.-% aus nichtschicht-silicatischen Natriumsilicaten der Formel

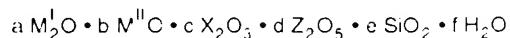
30



in der v eine Zahl zwischen 0,05 und 2 und w eine Zahl zwischen 0 und 20 ist, besteht

35 [0015] Schließlich werden bevorzugt auch schwerlösliche Alkalisilicate eingesetzt, welche dadurch gekennzeichnet sind, dass sie Alkalischichtsilicate in fein verteilter Form in einer nicht-schicht-silikatischen Alkalisilicatumgebung der Formel  $x\text{M}^{\text{I}}_2\text{O} \cdot y\text{SiO}_2$ , in der  $\text{M}^{\text{I}}$  ein Alkalimetall und  $y/x$  (1,9 bis 500) 1 bedeutet enthalten. Dabei entspricht das Alkalisilicat insgesamt der allgemeinen Formel

40



in der  $\text{M}^{\text{I}}$  ein Alkalimetall,  $\text{M}^{\text{II}}$  ein Erdalkalimetall, X ein Element der dritten Hauptgruppe und Z ein Element der fünften Hauptgruppe des Periodensystems bedeuten und weiterhin gilt

45

C = 4 · 1

C = b = 0,5

C = c = 0,05

C = d/e = 0,25

1,9 ≤ e ≤ 4

50

C = f = 20

[0016] Bevorzugt sind hierbei solche schwerlöslichen Alkalisilicate, die einen gewissen Gehalt an Erdalkalionen (Magnesium und/oder Calcium), Bor und/oder Phosphor aufweisen

oder eine Mischung aus diesen Ionen mit anderen anorganischen Stoffen, z.B. Füllstoffen und Pigmenten, in Frage

Bevorzugt handelt es sich bei den Additiven um Alkylalkoxylate, Gluconamide, Alkylpolyglycoside, Alkylesteralkoxylate, Oligoglycole, Polyglycole, Monoalkylglycoether, Monoalkyloligoglycoether, Monoalkylpolyglycoether, Dialkylglycolether, Dialkyloligoglycoether, Dialkylpolyglycoether, Oligocarboxylate und/oder Polycarboxylate.

5 [0018] Besonders bevorzugt handelt es sich bei den Alkylalkoxylaten um Alkylethoxylate und/oder EO-PO-Alkoxy-  
alkoate.

10 [0019] Bei der Auswahl der Additive ist zu beachten, dass vor allem niedrigmolekulare Verbindungen bevorzugt mindestens eine Alkylgruppe enthalten sollten. Wichtige Verbindungen mit diesem Merkmal sind auch nicht ionische Tenside.

15 [0020] Als Additive sind Alkylalkoxylate, Gluconamide und Alkylpolyglycoside besonders bevorzugt. Unter den Alkylalkoxylaten vorzugsweise werden ethoxilierte, insbesondere primäre Alkohole mit vorzugsweise 8 bis 22 C-Atomen und durchschnittlich 1 bis 80 EO pro Mol Alkohol eingesetzt, in denen der Alkoholrest linear oder bevorzugt in 2-Stellung methylverzweigt sein kann bzw. lineare und methylverzweigte Reste im Gemisch enthalten kann, so wie sie üblicherweise in Oxoalkoholresten vorliegen. Zu den bevorzugten ethoxylierten Alkoholen gehören beispielsweise C<sub>11</sub>-Alkohole mit 3, 5, 7, 8 bzw. 11 EO, C<sub>12</sub>-C<sub>15</sub> Alkohole mit 3, 6, 7, 8, 10 bzw. 13 EO, C<sub>14</sub>-C<sub>15</sub> Alkohole mit 4, 7 bzw. 8 EO, C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> Alkohole mit 8, 11, 15, 20, 25, 50 bzw. 80 EO und Mischungen aus diesen. Die angegebenen Ethoxyierungsgrade stellen statistische Mittelwerte dar, die für ein spezielles Produkt eine ganze oder eine gebrochene Zahl sein können. Zusätzlich zu diesen können auch Fettalkohol-EO/PO-Addukte eingesetzt werden, wie z. B. die Genapol-Typen 3970, 29C9, bzw. 2822.

20 [0021] Eine weitere Ausgestaltung der Erfindung ist Polyethylenglycole als Additive einzusetzen, z. B. die PEG Typen 200, 300, 400, 600, 1000, 1350, 1500, 2000, 3000, 4000, 6000, 8000, 10000, 12000, 20000 und 35000 von Clariant.

25 [0022] Bevorzugt werden als Additive auch Monoalkylglycoether, Monoalkyloligoglycoether oder Monoalkylpolyglycolether eingesetzt, darunter Butylglycol, Butyldiglycol und Butylpolyglycol. Bevorzugt ist auch Monoalkylpropylenglycole, Monoalkyloligopropylenglycole und Monoalkylpolypropylenglycole einzusetzen.

30 [0023] Eine weitere Ausgestaltung der Erfindung sieht vor, als Additive Polycarboxylat-Copolymere in saurer oder Alkaliform, bevorzugt Natriumform, auf Basis Acrylsäure/Maleinsäure einzusetzen (beispielsweise Sokalan-Typen der Fa. BASF).

35 [0024] Das Additiv wird bevorzugt in Mischung bzw. Lösung mit Wasser eingesetzt. Dadurch wird ein großes Flüssigkeitsvolumen erreicht, welches für eine gleichmäßige Verteilung des Additivs auf dem vorgelegten grobteiligen Alkalischichtsilicat günstig ist. Um eine gute Handhabbarkeit der Additiv-Wasser-Mischung sicherzustellen (Flüssigkeit, Viskosität) kann es sinnvoll sein einen Lösungsvermittler einzusetzen. Besonders geeignet sind dazu Alkohole, bevorzugt Ethanol und Isopropanol.

40 [0025] Bevorzugt kann das Additiv auch in reiner Form mit dem vorgelegten grobteiligen Alkalischichtsilicat vermischt werden.

45 [0026] Der Wassergehalt des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds ist in weiten Grenzen varierbar und im wesentlichen durch die aufrecht zu erhaltende Fließfähigkeit des endgültigen Compounds begrenzt.

50 [0027] Die Farbintensität ist ein besonders wichtiger Parameter, der sich auf das Produkt auswirkt. Die Farbintensität des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds ist neben anderen Einflüssen abhängig von der Farbstoffkonzentration. Im bevorzugten Bereich von 0,01 bis 2% blauem Farbstoff ist ein b-Wert von -15 bis -40 bevorzugt, im besonders bevorzugten Bereich von 0,05 bis 1% ein b-Wert von -17 bis -30.

[0028] Weiterhin wichtig für das erfindungsgemäße granulare Alkalischichtsilicat-Compound ist eine bestimmte Korngröße und eine möglichst nicht zu breite Kornverteilung. Der Feinkornanteil sollte nicht zu groß sein, um im späteren Waschmittel einen möglichst starken Farbkontrast zu den restlichen Inhaltsstoffen zu erzeugen. Zu hoher Feinkornanteil würde einen verwaschenen Hintergrundfarbton erzeugen. Bevorzugt ist ein mittlerer Teilchendurchmesser von 400 bis 4000 µm. Dabei beträgt der Anteil größer als 1,4 mm von 0,1 bis 15%, und ein Anteil kleiner als 0,25 mm von 0,5 bis 20%. Besonders bevorzugt ist ein mittlerer Teilchendurchmesser von 0,5 bis 0,8 mm, ein Anteil größer als 1,4 mm von 1 bis 9% und ein Anteil kleiner als 0,25 mm von 1 bis 15%.

[0029] Die eingefärbten erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds sind sehr gut wasserfähig, bevorzugt frei wasserfähig und zeigen keine besondere Neigung zum Verbacken.

[0030] Für die ökonomische Verwendung des Farbstoffen ist eine nur äußerliche Einfärbung bevorzugt. Zur Herstellung des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds wird daher bevorzugt von einem erweiterten Schichtsilicat ausgegangen. Dies kann sowohl eine speziell gesiebte Fraktion aus Schichtsilicatpulver sein, als auch zu Granulat kompaktiertes Schichtsilicat. Außerdem kann auch agglomiertes Pulver eingesetzt werden. Als Agglomerierungsmitittel kann dabei Polycarboxylat-Copolymer eingesetzt werden, wie dies in EP-A-0 819 355 beschrieben.

EP 1 113 068 A9 (W1A2)

[0032] Für die Verwendung als grobteiliges Alkalischichtsilicat sind Pressgranulate bevorzugt. Diese werden bevorzugt durch Verfahren der Rollkomprimierung, Brikettierung und andere hergestellt. Bei der Rollkomprimierung ist ein Pressdruck von 10kN/cm bis 100kN/cm bevorzugt und ein Pressdruck von 30kN/cm bis 80kN/cm besonders bevorzugt. Wahlweise können bis zu 10 Gew.-% Granulierhilfsmittel (beispielsweise Wasser, Wasserglas, Polyethylenglycol, nichtionische Tenside, anionische Tenside, Polycarboxylatcopolymere) zugesetzt werden.

[0033] Für die Verwendung als grobteiliges Alkalischichtsilicat sind Agglomerate bevorzugt. Diese werden bevorzugt in kornaufbauenden Mischer hergestellt, z.B. in Lodige-Pflugscharmischer, Eyrichmischer, Schugi-Mischer mit nachgeschaltetem Fließbettetrockner usw. Wahlweise können hier Granulierhilfsmittel (bis zu 30 Gew.-%) oder andere Waschmittel inhaltsstoffe zugesetzt werden, wie z.B. Wasser, Wasserglas, Polyethylenglycol, nichtionische Tenside, anionische Tenside, Polycarboxylatcopolymere, Soil-release-Polymer und andere.

[0034] Für die Herstellung des grobteiligen Alkalischichtsilicats via Agglomeration wird bevorzugt Alkalischichtsilicat feingemahlen (auf  $d_{50} < 50 \mu\text{m}$ ). Geeignete Apparate hierfür sind beispielsweise Kugel-, Pendelrollen-, Walzen-, Luftstrahl-, Hammer- und Prallmühlen. Wahlweise können Mahlhilfsmittel zugesetzt werden. Besonders bevorzugt wird auch Normalpulver ( $50 \leq d_{50} \leq 500 \mu\text{m}$ ) eingesetzt. Bevorzugt können auch die vorgenannten Pressgranulat fein gemahlen (auf  $d_{50} < 50 \mu\text{m}$ ) werden.

[0035] Die vorliegende Erfindung betrifft auch ein Verfahren zur Herstellung eines granularen Alkalischichtsilicat-Compounds, dadurch gekennzeichnet, daß man ein Alkalischichtsilicat mit einem Farbstoff mischt und anschließend ein Additiv aufsprüht und wahlweise nachtrocknet.

[0036] Bevorzugt wird dabei das Additiv in Mischung mit Wasser und/oder einem Lösungsmittel aufgesprüht und wahlweise nachtrocknet.

[0037] Die vorliegende Erfindung betrifft schließlich auch ein Wasch- und Reinigungsmittel enthaltend ein erfindungsgemäßes granulare Alkalischichtsilicat-Compound.

[0038] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

[0039] Bevorzugt liegt das Wasch- und Reinigungsmittel in Tablettform vor.

[0040] Für die Herstellung des erfundungsgemäßes granularen Alkalischichtsilicat-Compounds aus grobteiligem Alkalischichtsilicat, Farbstoff und Additiv werden bevorzugt Mischer und Bedingungen eingesetzt, die geeignet sind die Ausgangskornstruktur des Schichtsilicates nur möglichst wenig zu verändern. Besonderes Augenmerk muss darauf verwendet werden, den Feinanteil kleiner als 250  $\mu\text{m}$  nur möglichst wenig zu erhöhen. Hierzu können bevorzugt Mischer der Fa. Schugi-Hosokawa (z.B. Typ Flexomix 160) zum Einsatz, bevorzugt mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett, um der Wassergehalt gezielt einstellen zu können.

[0041] Weitere geeignete Mischer sind Mischer der Firmen Hauff und Telschig, die nach dem Freifallprinzip arbeiten und der Fa. Nauta, in denen das Mischgut nach dem Archimedes-Prinzip durch eine Schnecke umwälzt wird.

[0042] Bevorzugt wird der Farbstoff trocken mit dem grobkörnigen Schichtsilicat vorgemischt. Danach wird das Additiv gegebenenfalls in Mischung mit Wasser und/oder Lösungsmittel aufgesprüht.

[0043] Eine weitere bevorzugte Ausgestaltung ist, den Farbstoff im Additiv selbst, in einer Mischung von Additiv und Wasser oder einer Mischung von Additiv, Wasser und Lösungsmittel zu lösen. Diese Farbstofflösung wird auf das reine grobteilige Alkalischichtsilicat gespritzt und untergemischt.

[0044] Besonders bevorzugt ist auch die drei Komponenten grobteiliges Alkalischichtsilicat, Farbstoff und Additiv, letzteres gegebenenfalls in Mischung mit Lösungsmittel und/oder Wasser, jede für sich einzeln einzubringen in den Mischer zu dosieren. Dies geschieht bevorzugt in einem Mischer der Fa. Schugi-Hosokawa oder der Fa. Hauff.

[0045] Die Erfindung betrifft - wie vorgenannt beschrieben - auch ein Wasch- und Reinigungsmittel, wobei dieses erfindungsgemäßes granulare Alkalischichtsilicat-Compound enthält. Hierfür stellen die nachstehend aufgeführten Zusammensetzungen eine beispielhafte Auswahl dar.

[0046] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel 0,1 bis 80 Gew.-% des erfundungsgemäßes granularen Alkalischichtsilicat-Compounds.

EP 1 113 068 A9 (W1A2)

1 bis 9 Gew.-% des erfundungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds ad 100 Gew.-%, weitere übliche Inhaltsstoffe

[0049] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0 1 bis 80 Gew.-% des erfundungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

5 0 bis 92 Gew.-% Cobuilder

ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0050] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0 5 bis 15 Gew.-% des erfundungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

9 bis 75 Gew.-% Cobuilder

10 ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0051] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

1 bis 9 Gew.-% des erfundungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds 12 5 bis 62 Gew.-% Cobuilder

ad 100 Gew.-%, weitere übliche Inhaltsstoffe

[0052] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

15 0 1 bis 80 Gew.-% des erfundungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

0 bis 3 / Gew.-% Tensid

ad 100 Gew.-%, weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0053] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0.5 bis 15 Gew.-% des erfundungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

20 1.5 bis 31 Gew.-% Tensid

ad 100 Gew.-%, weitere übliche Inhaltsstoffe

[0054] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

1 bis 9 Gew.-% des erfundungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat Compounds 2 bis 19 Gew.-% Tensid

ad 100 Gew.-%, weitere übliche Inhaltsstoffe

25 [0055] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0 1 bis 80 Gew.-% des erfundungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

0 bis 53 Gew.-% bleichaktive Agenzien

ad 100 Gew.-%, weitere übliche Inhaltsstoffe

[0056] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

30 0 5 bis 15 Gew.-% des erfundungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

1 bis 23 Gew.-% bleichaktive Agenzien

ad 100 Gew.-%, weitere übliche Inhaltsstoffe

[0057] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

1 bis 9 Gew.-% des erfundungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds 5 bis 20 Gew.-% bleichaktive Agen-  
35 zien

ad 100 Gew.-%, weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0058] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0.1 bis 80 Gew.-% des erfundungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

0 bis 50 Gew.-% weiteres Schichtsilicat

40 ad 100 Gew.-%, weitere übliche Inhaltsstoffe

[0059] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0 5 bis 15 Gew.-% des erfundungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

4 bis 30 Gew.-% weiteres Schichtsilicat

ad 100 Gew.-%, weitere übliche Inhaltsstoffe

[0060] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

45 1 bis 9 Gew.-% des erfundungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

5 bis 20 Gew.-% weiteres Schichtsilicat

ad 100 Gew.-%, weitere übliche Inhaltsstoffe

[0061] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

50 0 1 bis 80 Gew.-% des erfundungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

0 bis 46 Gew.-% Elektrolytlieferant

ad 100 Gew.-%, weitere übliche Inhaltsstoffe

[0062] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

6 bis 23 Gew.-% Elektrolytlieferant  
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0064] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel  
0,1 bis 80 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds  
0 bis 92 Gew.-% Cobuilder  
0 bis 37 Gew.-% Tensic  
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0065] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel  
0,5 bis 15 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds  
9 bis 75 Gew.-% Cobuilder  
1,5 bis 31 Gew.-% Tensid  
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0066] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel  
1 bis 9 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds  
12,5 bis 62 Gew.-% Cobuilder  
2 bis 19 Gew.-% Tensic  
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0067] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel  
0,1 bis 80 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds  
0 bis 92 Gew.-% Cobuilder  
0 bis 53 Gew.-% bleichaktive Agenzien  
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0068] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel  
0,5 bis 15 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds  
9 bis 75 Gew.-% Cobuilder  
1 bis 23 Gew.-% bleichaktive Agenzien  
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0069] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel  
1 bis 9 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds  
12,5 bis 62 Gew.-% Cobuilder  
5 bis 20 Gew.-% bleichaktive Agenzien  
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0070] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel  
0,1 bis 80 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds  
0 bis 92 Gew.-% Cobuilder  
0 bis 37 Gew.-% Tensic  
0 bis 53 Gew.-% bleichaktive Agenzien  
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0071] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel  
0,5 bis 15 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds  
9 bis 75 Gew.-% Cobuilder  
1,5 bis 31 Gew.-% Tensid  
1 bis 23 Gew.-% bleichaktive Agenzien  
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0072] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel  
1 bis 9 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds  
12,5 bis 62 Gew.-% Cobuilder  
2 bis 19 Gew.-% Tensic  
1 bis 20 Gew.-% bleichaktive Agenzien  
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe

[0073] Bevorzugt handelt es sich bei dem Cobuilder um kristalline Aluminosilicate mono- oder polymere Carbonsäuren Phosphonate Alkalicarbonat Alkalihydroxide Alkaliortho Alkalipyro Alkalipolyphosphat kristalline Alkalischilikate mit einem Kristallgitter ohne Schichtstruktur und/oder feste oder flüssige amorphe Alkalischilate

## sche Tenside

[0076] Bevorzugt handelt es sich bei den Elektrolytlieferantem z B um Sulfate Nitrate Chlorate Perchlorate Chloride Acetate Formate Lactate Tosylate und/oder Borate

[0077] Bevorzugt handelt es sich bei den weiteren Schichtsilikaten um Alkalischichtsilicate mit der chemischen Zusammensetzung gemäß dem Stand der Technik die nicht in dem erfundungsgemäß granulierter Alkalischichtsilicat-Compound enthalten sind. Besonders bevorzugt liegen sie in pressgranulierter Normalpulver- eingeschlossener Pulver- oder feingemahlener Granulatform vor. Besonders bevorzugt können sie auch in Compounds mit Copolymer anionischen oder nichtionischen Tensiden etc enthalten sein

[0078] Bei den vorgenannten Wasch- und Reinigungsmitteln kann das erfundungsgemäß granulare Alkalischichtsilicat-Compound bevorzugt zu 0 1 bis 80 Gew.-% besonders bevorzugt zu 0 5 bis 15 Gew.-% bzw zu 1 bis 9 Gew.-% enthalten sein

[0079] Die erfundungsgemäß granulären Alkalischichtsilicat-Compounds können erfundungsgemäß Verwendung finden in Wasch- und Reinigungsmitteln. Die vorgenannten Wasch- und Reinigungsmittel Wasserenthärter und Maschinengeschirrreiniger können in Pulverform, Granulatform und Tablettenform eingesetzt werden.

[0080] Die erfundungsgemäß granularen Alkalischichtsilicat-Compounds erzeugen in pulverformigen Wasch- und Reinigungsmitteln farbige Körner

[0081] Bevorzugt sind hier pulverförmige Voll-, Color- und Spezialwaschmittel. Vollwaschmittel sind ausgewogene Formulierungen mit dem Ziel einer möglichst hohen Waschwirkung. Colorwaschmittel sollen vor allem Farbtextilien schonen hinsichtlich Ausbleichen und Verwaschen der Farben und Verfilzen der Fasern. Spezialwaschmittel zählen auf enge Anwendungsgebiete wie Fleckensalze, Gardinenwaschmittel, Wollwaschmittel und andere

[0082] Die erfundungsgemäß granularen Alkalischichtsilicat-Compounds können weiterhin Anwendung finden in Wasserenthärtern die vor allem in Regionen mit hoher Wasserhärte einen leistungssteigernden Effekt auf das Waschergebnis und einen Schutzeffekt hinsichtlich der Waschmaschine besitzen

[0083] Weitere Anwendungen für die erfundungsgemäß granulären Alkalischichtsilicat Compounds sind Maschinengeschirrreiniger. Hier sind sie vor allem wegen ihrer guten Schmutzdispersierung ihrer hohen Alkalität und ihrer ausgezeichneten Schutzwirkung gegen Korrosion von Gläsern geeignet. Für Maschinengeschirrreinigeranwendungen werden bevorzugt schwach schäumende EO/PO-Addukte als Additive eingesetzt

[0084] Bevorzugt sind auch tablettenförmige Wasch- und Reinigungsmittel z B Voll-, Color-, Spezialwaschmittel, Maschinengeschirrreiniger, Fleckensalze und/oder Wasserenthärter. Die erfundungsgemäß granularen Alkalischichtsilicat-Compounds erzeugen in tablettenförmigen Wasch- und Reinigungsmitteln farbige Sprengel. Eine weitere Ausgestaltung ist in Mehrphasentabs nur einzelne Anteile der Tablette mit Sprengeln zu versehen oder einzelne Anteile überwiegend oder vollständig homogen einzufärben.

[0085] Bei Tabletten kann die Form zylinderförmig, quaderförmig oder auch weitgehend beliebige geometrische Formen annehmen. Im Falle des Zylinders kann das Verhältnis von Radius zu Höhe zwischen 0,25 bis 4 zu 1 betragen. Der Pressdruck kann zwischen 12 und 0,3 kN/cm<sup>2</sup> betragen. Bevorzugt ist auch die mehrstufige Verpressung zur Erlangung von Mehrphasentabs. Hierbei werden beliebig viele Schichten in mehreren Schritten nacheinander aufeinander gepresst, so dass sich mehrere Schichten ergeben. Besonders bevorzugt ist bei zweischichtiger Tafetten ein Volumenverhältnis der beiden Schichten von 1 zu 10 bis 10 zu 1.

[0086] Bestimmung der Kornverteilung durch Siebanalyse:  
In eine Siebmaschine der Fa. Retsch werden die Einsätze mit gewünschten Sieben eingesetzt. Dabei in mm: die Maschenweite der Siebe von oben nach unten ab 50 g des zu untersuchenden Pulvers werden auf das weiteste Sieb aufgegeben. Durch die Schwingbewegung der Siebmaschine wird das Pulvermaterial durch die verschiedenen Siebe befördert. Die Rückstände auf den Sieben werden ausgewogen und rechnerisch auf die Materialmenge bezogen. Aus den Werten kann der d<sub>50</sub>-Wert berechnet werden. Werte die nach dieser Methode bestimmt wurden sind in den Beispielen gekennzeichnet.

### Bestimmung der Farbwerte

[0087] Als Farbmessgerät wird der Typ L\* a\* b\* 100 der Fa. Dr. Lampert eingesetzt. Die Farbwerte werden im System nach Hunter (CIE-LAB System) angegeben. L\*-Werte gehen von 0 (schwarz) bis 100 (weiß) a\*-Werte von -14 (grün) bis +14 (rot) und b\*-Werte von -14 (blau) bis +14 (gelb). Je größer negativ der b\*-Wert also ist, desto intensiver blau ist das untersuchte Material.

EP 1 113 068 A9 (W1A2)

gemischt. Dann wird die Hälfte des verbliebenen AF in 5 Minuten aufgesprüht. Dann wird gegebenenfalls sonstiges Schichtsilicat zugegeben und 10 Minuten gemischt. Dann wird die restliche zweite Hälfte AE in weiteren 5 Minuten aufgesprüht. Schließlich werden LAS Seife Antischaum Phosphonat und Compound mit optischem Aufheller zugegeben und 10 Minuten bei 300 U/Min. nachgemischt. Im Tumelmischer wird die Mischung aus dem Lod gemischt unter geringer Scherbelastung mit Ferborat TAED Enzymen und Alkalischichtsilicat-Compound versetzt und 5 Minuten vermischt.

## Tablettierung von Waschmitteln

[0089] Zur Tablettierung wird die Waschmittelformulierung gemischt und mit einer Tablettenpresse der Fa. Matra in die entsprechende Form gepresst. Der Pressdruck kann zwischen 12 und 0,3 kN/cm<sup>2</sup> betragen. Der Pressling hat die Maße Höhe 18 mm, Durchmesser 41 mm.

## Herstellung der Maschinengeschirreiniger

[0090] In einem Pflugschirmschäler der Fa. Lodige wurden die festen Komponenten vorgelegt und gut gemischt. Dann wird das Alkylethoxylat aufgesprüht. Enzyme, Parfüm, Percarbonat oder Peroxid und TAED werden zum Schluss untergemischt.

### 20 Beispiel 1 (Vergleich)

**[0091]** Es wurde ein Sprengmittelgranulat hergestellt, das 14.91 % Celulose, 84.9 % Alkalischichtsilicat und 0.19 % Sandolan Blau E HBL 180 enthielt. Der L<sub>1</sub>-Wert betrug 61.4, der h-Wert -13.23.

## 25 Beispiel 2 (Vergleich)

[0092] In einem Telschig-Mischer wurden 900 kg SKS-6 Granulat mit 2,7 kg Sandolan Blau E-HRL 180 gemischt. Die Zusammensetzung dieser Vormischung und ihre analytischen Daten sind in der Tabelle 1 angegeben.

### 30 Beispiel 3 (Vergleich)

[0093] In einem Mischer der Fa. Schug (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurde die Vermischung aus Beispiel 2 mit einer Lösung von Glycerin und Wasser vermischt und nachgetrocknet. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben.

35

[0094] In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurde eine trockene Vormischung, die wie in Beispiel 2 hergestellt wurde, mit einer Lösung von Genapol JD 110 und Wasser vermischt und nachgetrocknet. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Werte zeigen an, dass die Farbe deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1-2 und 3.

### Beispiel 5

[0095] In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschalteten Bruch-Rührbett wurde eine trockene Vormischung, die wie in Beispiel 2 hergestellt wurde, mit einer Lösung von Geritol OA 080, Wasser und Isopropanol vermischt und nachgetrocknet. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Wert zeigen an, dass die Farbe deutlich intensiver war als die der Musterfarben bei Vergleichsbeispielen 1, 2 und 3.

### Beispiel 6

Beispiel 7

5 [0097] In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurden direkt SKS-6 Pulver mit einem mittleren Teilchendurchmesser von ca 140 µm Farbstoff und eine saure Lösung von Polycarboxylat (45 % g Acrylsäure-Maleinsäure-Copolymer Fa. Stockhausen) vermischt und nachgetrocknet. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Wert zeigen an, dass die Farbe deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1-2 und 3

10 Beispiel 8

10 [0098] In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurde SKS-6 Granulat mit einer Lösung von Farbstoff Genapol UD 110 und Wasser vermischt und nachgetrocknet. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Wert zeigen an, dass die Farbe deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1-2 und 3

15 Beispiel 9

20 [0099] In einem Freifallmischer der Fa. Hauff wurde eine Vormischung, die wie in Beispiel 2 nur mit weniger Farbstoff hergestellt wurde, mit einer erhöhten Menge einer Lösung von Genapol UD 110 und Wasser vermischt. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Wert zeigen an, dass die Farbe deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1, 2 und 3

25 Beispiel 10

25 [0100] In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurde eine getrocknete Vormischung, die wie in Beispiel 2, nur mit weniger Farbstoff hergestellt wurde, mit einer erhöhten Menge einer Lösung von Genapol UD 110 vermischt. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Wert zeigen an, dass die Farbe trotz geringeren Farbstoffeinsatzes deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1, 2 und 3

30 Beispiel 11

35 [0101] In einem Freifallmischer der Fa. Hauff wurde wie in Beispiel 9 eine Vormischung aus 900kg SKS-6 Granulat mit 1.8kg Sandolan MFBL (grün), die wie in Beispiel 2 hergestellt wurde, mit einer erhöhten Menge einer Lösung von Genapol UD 110 und Wasser vermischt. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten sind in Tabelle 1 angegeben

40 Beispiel 12

40 [0102] In einem Freifallmischer der Fa. Hauff wurde wie in Beispiel 9 eine Vormischung aus 900kg SKS-6 Granulat mit 1.8kg Vitasin chinolingelb 70 (gelb), die wie in Beispiel 2 hergestellt wurde, mit einer erhöhten Menge einer Lösung von Genapol OA 080, Isopropanol und Wasser vermischt. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten sind in Tabelle 1 angegeben

45 Beispiel 13

50 [0103] In einem Freifallmischer der Fa. Hauff wurde wie in Beispiel 9 eine Vormischung aus 900kg SKS-6 Granulat mit 1.8kg Sandolan NBG 125 (brillantrot), die wie in Beispiel 2 hergestellt wurde, mit einer erhöhten Menge einer Lösung von Genapol 2900, Isopropanol und Wasser vermischt. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten sind in Tabelle 1 angegeben

55 Beispiel 14

EP 1 113 068 A9 (W1A2)

Beispiel 15

[0105] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Vollwaschmittel mit 0,1% Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

5

Beispiel 16

[0106] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Vollwaschmittel mit 1% Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

10

Beispiel 17

[0107] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Vollwaschmittel mit 11% Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

15

Beispiel 18

[0108] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Vollwaschmittel mit 1% Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

20

Beispiel 19

[0109] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Phosphathaltiges Test-Vollwaschmittel mit 0,2% Alkalischichtsilicat Compound aus Beispiel 9 hergestellt

25

Beispiel 20

[0110] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Colorwaschmittel mit 1% Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

30

Beispiel 21

[0111] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Wasserenthärter mit 15% Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

35

Beispiel 22

[0112] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Fleckensalz mit 9% Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

40

Beispiele 23 bis 25

[0113] Entsprechend den allgemeinen Vorschriften "Herstellung der Testwaschmittel" "Tablettierung von Waschmitteln" und den Rezepturen in Tabelle 3 wurden mit unterschiedlichen Mengen Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 Waschmitteltabs gepresst

45

Beispiel 26

[0114] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 3 wurde ein Test-Waschmittel mit 0,2% Alkalischichtsilicat Compound aus Beispiel 9 hergestellt

50

Beispiel 27

EP 1 113 068 A9 (W1A2)

Beispiel 28

[0116] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 3 wurde ein Test-Waschmittel mit 5 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

5

Beispiel 29

[0117] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 3 wurde ein Test-Waschmittel mit 4 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

10

Beispiel 30

[0118] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 3 wurde ein Test-Waschmittel mit 7 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

15

Beispiel 31

[0119] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 3 wurde ein Test-Waschmittel mit 5 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

20

Beispiele 32 bis 37

25

[0120] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Maschinengeschirrreiniger" und den Rezepturen in Tabelle 4 wurden Maschinengeschirrreiniger mit unterschiedlichen Mengen Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 13 hergestellt

30

Beispiel 38

35

[0121] Ein Maschinengeschirrreiniger wurde hergestellt indem man mit einem Dispergator (Ultraturrax Fa. Hanke und Kunkel) Wasserglas, Phosphat, Soda, Natriumhydroxid, Phosphonat, Polymer, Alkansulfonat untermischt. Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 11 und Natriumhypochlorit werden zum Schuss kurz untergemischt (Tabelle 4)

40

45

50

5  
10  
15  
20  
25  
30  
35

Tabelle 1

| Beispiel               | Einsatzmenge [kg] | 2 Vgl | 3 Vgl | 4    | 5    | 6    | 7    | 8    | 9    | 10   | 11   | 12   | 13   |      |
|------------------------|-------------------|-------|-------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| Seichtes               | Granulat          | 200   | 900   | 900  | 900  | -    | 900  | -    | 900  | 900  | 900  | 900  | 900  |      |
|                        | Pulver            | -     | -     | -    | -    | -    | 900  | -    | -    | -    | -    | -    | -    |      |
| Färbstoff              | Silber            | 2,7   | 2,7   | 2,7  | 2,7  | 2,7  | 3,5  | 2,7  | 1,8  | 1,4  | -    | -    | -    |      |
|                        | blau E-HRL        | -     | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |      |
|                        | 180               | -     | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |      |
|                        | Sandstein         | -     | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |      |
|                        | MFRI              | -     | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |      |
|                        | Vitamin           | -     | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |      |
|                        | ch gelb 70        | -     | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |      |
|                        | Santolin          | -     | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |      |
|                        | NBG 125           | -     | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |      |
| Additiv                | Glycerin          | 6,3   | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |      |
|                        | Geritol           | -     | 6,3   | -    | 6,3  | -    | 6,3  | 14   | 42,3 | 14   | -    | -    | -    |      |
|                        | LD 10             | -     | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |      |
|                        | Geritol           | -     | -     | 6,3  | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |      |
|                        | CAA 080           | -     | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |      |
|                        | Geritol           | -     | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |      |
|                        | 10C1              | -     | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |      |
|                        | Polycarb-         | -     | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |      |
|                        | oxyd              | -     | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |      |
| Wasser                 | -                 | 36    | 36    | 36   | 36   | -    | 36   | 50   | -    | 50   | 50   | 50   | 50   |      |
| Isopropylalkohol       | -                 | -     | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |      |
| Produktzusammensetzung | -                 | -     | -     | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    | -    |      |
| Summe                  | 98,3              | 93,9  | 94,1  | 93,9 | 95,2 | 73,3 | 74,0 | 31,9 | 94,0 | 31,9 | 94,0 | 31,9 | 94,0 | 92,0 |

5 10 15 20 25 30 35 40

Tabelle 1 (fortgesetzt)

| Beispiel    | Produktzusammensetzung [%] |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |  |
|-------------|----------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--|
|             | 2 Vgl                      | 3 Vgl | 4     | 5     | 6     | 7     | 8     | 9     | 0     | 1     | 12    | 13    |  |
| Fahrstoff   | 0.30                       | 0.29  | 0.29  | 0.29  | 0.29  | 0.29  | 0.29  | 0.29  | 0.28  | 0.15  | 0.19  | 0.19  |  |
| Additiv     | -                          | 0.7   | 0.7   | 0.7   | 0.7   | 0.7   | 0.7   | 0.7   | 1.4   | 4.5   | 1.4   | 1.5   |  |
| Wasser      | 1.4                        | 5.1   | 4.9   | 5.1   | 3.8   | 7.2   | 5.0   | 6.4   | 1.3   | 6.5   | 6.3   | 6.4   |  |
| Hunter L    | 60.1                       | 57.3  | 51.2  | 48.9  | 49.5  | 50.1  | 43.9  | 46.6  | 45.6  | 66.8  | 81.4  | 47.5  |  |
| Hunter A    | 2.34                       | -4.63 | 3.6   | -2.95 | -4.96 | -5.01 | -3.34 | -3.31 | -3.34 | -25   | 4.9   | 51.8  |  |
| Hunter-B    | -13.5                      | -12.9 | -22.7 | -23.2 | -21.6 | -22.8 | -23.4 | -26.7 | -26.1 | 8     | 24.2  | 14.6  |  |
| d50 [mm]    | 0.781                      | 0.765 | 0.635 | 0.732 | 0.74  | 0.647 | 0.687 | 0.704 | 0.722 | 0.650 | 0.675 | 0.643 |  |
| >1.4 mm [%] | 9.8                        | 9.01  | 2.9   | 5     | 7.2   | 4.4   | 4.3   | 5.8   | 8.7   | 4.5   | 6.3   | 3.9   |  |
| >0.25mm [%] | 0.41                       | 0.8   | 7.1   | 3.1   | 4     | 7.6   | 9.4   | 6.5   | 1.4   | 9.7   | 8.8   | 9.9   |  |

Tabelle 2

| Beispiele     | 14<br>[%] | 15<br>[%] | 16<br>[%] | 17<br>[%] | 18<br>[%] | 19<br>[%] | 20<br>[%] | 21<br>[%] | 22<br>[%] |
|---------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Zeolith A     | 34.5      | 24        | 24        | 24        | -         | -         | 30        | 40        | -         |
| Phosphat 1    | -         | -         | -         | -         | -         | 25        | -         | -         | -         |
| SKS-6         | -         | 10.9      | 10.0      | -         | 50        | 10        | 10        | -         | -         |
| Cpd aus Bsp 9 | 0.5       | 0.1       | 1.0       | 11        | 1         | 0.2       | 1         | 15        | 9         |
| Polymer 1     | 3         | 3         | 3         | 3         | 5         | -         | 7         | 7         | -         |
| Soda          | 16        | 16        | 16        | 16        | -         | -         | -         | 15        | 9         |
| Bicarbonat    | -         | -         | -         | -         | 9         | -         | 18        | 5         | -         |
| Perborat mh   | 18        | 18        | 18        | 18        | -         | -         | -         | -         | -         |
| Perborat th   | -         | -         | -         | -         | -         | 20        | -         | -         | -         |
| Percarbonat   | -         | -         | -         | -         | 18        | -         | -         | -         | 40        |
| TAED 1        | 5         | 5         | 5         | 5         | 5         | -         | -         | -         | 13        |
| LAS           | 9         | 9         | 9         | 9         | -         | 6.7       | 8         | -         | 5         |
| AE 1          | 4         | 4         | 4         | 4         | 4         | 2.0       | 10        | 2         | -         |
| AE2           | 4         | 4         | 4         | 4         | 4         | -         | -         | -         | -         |
| Seife         | 1         | 1         | 1         | 1         | 1         | -         | 1         | 2         | 1         |
| Antischäum    | 1         | 1         | 1         | 1         | 1         | 0.6       | 1         | -         | -         |
| Enzym 1       | 1.5       | 1.5       | 1.5       | 1.5       | 1.5       | 0.6       | 1.5       | -         | -         |
| Enzym 3       | 1.5       | 1.5       | 1.5       | 1.5       | 1.5       | 0.6       | 1.5       | -         | -         |
| Opt Aufheller | 0.5       | 0.5       | 0.5       | 0.5       | 0.5       | 0.2       | -         | -         | -         |
| Phosphonat 1  | 0.5       | 0.5       | 0.5       | 0.5       | 0.5       | 0.1       | 0.2       | -         | -         |
| Citronensäure | -         | -         | -         | -         | -         | -         | 2         | 5         | -         |
| PVP           | -         | -         | -         | -         | -         | -         | 1         | -         | -         |
| SRP           | -         | -         | -         | -         | -         | -         | 0.8       | -         | -         |
| CMC           | -         | -         | -         | -         | -         | -         | 1         | -         | -         |
| Sul'at        | -         | -         | -         | -         | -         | 34        | 7         | 9         | 23        |
| Dosierung [g] | 72        | 72        | 72        | 72        | 72        | 135       | 72        | 30        | 40        |

Tabelle 3

| Beispiele     | 23<br>[%] | 24<br>[%] | 25<br>[%] | 26<br>[%] | 27<br>[%] | 28<br>[%] | 29<br>[%] | 30<br>[%] | 31<br>[%] |
|---------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Zeolith A     | -         | 15        | 15        | 31        | 31        | 31        | 30        | -         | -         |
| SKS-6         | 30        | 15        | 11        | 15        | 10        | -         | -         | 5         | -         |
| Cpd aus Bsp 9 | 0.1       | 1         | 5         | 0.2       | 1         | 5         | 4         | 7         | 5         |
| Polymer 1     | 4         | 4         | 4         | 5         | 5         | 5         | 3         | 2         | 2         |

EP 1 113 068 A9 (W1A2)

Tabelle 3 (fortgesetzt)

| Beispiele      | 23<br>[%] | 24<br>[%] | 25<br>[%] | 26<br>[%] | 27<br>[%] | 28<br>[%] | 29<br>[%] | 30<br>[%] | 31<br>[%] |
|----------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Perborat th    | -         | -         | -         | -         | -         | -         | -         | -         | 2         |
| Percarbonat    | 12        | 12        | 12        |           | -         |           |           |           |           |
| TAED 1         | 4         | 4         | 4         | -         | -         | -         | -         | -         | -         |
| LAS            | 7         | 7         | 7         | 10        | 30        | -         | 7         | 6         | -         |
| Alkansulfonat  | -         | -         | -         | -         | -         | -         | 4         | 5         | 8         |
| AE 1           | -         | -         | -         | 15        | 4         | 18        | 3         | -         | 4         |
| AE2            | -         |           |           | 10        | 3         |           |           |           | -         |
| AE 3           | 4         | 4         | 3         | -         | -         | -         | -         | -         | -         |
| Seife          | -         | -         | -         | -         | -         | 13        | -         | -         | -         |
| Enzym 1        | -         | -         | -         | 1.5       | 0.5       | 0.5       | 0.2       | -         | -         |
| Enzym 3        | -         | -         | -         | 1.5       | 0.5       | 0.5       | 0.3       | -         | -         |
| Opt. Aufheller | -         | -         | -         | -         | 0.5       | -         | -         | -         | -         |
| Citronensäure  | 6         | 6         | 15        | -         | -         | -         | -         | -         | -         |
| Sulfat         | -         | -         | 10        | 5.8       | 4.5       | 12        | 4         | -         | -         |
| Chlorid        | -         | -         | -         | -         | -         | -         | -         | 46        | -         |
| Cellulose      | -         | 7         | -         | -         | -         | -         | -         | -         | -         |
| Acetat th      | 15.9      | 8.0       | -         | -         | -         | -         | -         | -         | -         |
| Dosierung [g]  | 2*40      | 2*40      | 2*40      | 0.5g/l    | 0.5g/l    | 0.5g/l    | 80        | 80        | 150       |

Tabelle 4

| Beispiele       | 32<br>[%] | 33<br>[%] | 34<br>[%] | 35<br>[%] | 36<br>[%] | 37<br>[%] | 38<br>[%] |
|-----------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Phosphat 2      | -         | -         | 25        | 47        | 20        | -         | -         |
| Phosphat 3      | -         | -         | -         | -         | -         | -         | 22        |
| Metasilicat ph  | -         | -         | -         | -         | 47        | -         | -         |
| SKS-6           | 19.5      | 40        | 13        | -         | -         | -         | 5         |
| Cpd aus Bsp 9   | 0.5       | 1         | 2         | 8         | 3         | 80        | 1         |
| Soda            | 23        | 33        | 30        | 25        | 17        | -         | -         |
| Natriumhydroxid | -         | -         | -         | -         | 8         | -         | -         |
| Citrat th       | 30        | 35        | -         | -         | -         | -         | -         |
| Percarbonat     | 10        | 10        | -         | -         | -         | 18        | -         |
| Perborat mth    | -         | -         | 10        | 10        | -         | -         | -         |
| NADCC           | -         | -         | -         | -         | 1         | -         | -         |
| Polymer 2       | 7         | 7         | 7         | 3         | -         | -         | -         |

Tabelle 4 (fertiggesetzt)

|    | Beispiele     | 32<br>[%] | 33<br>[%] | 34<br>[%] | 35<br>[%] | 36<br>[%] | 37<br>[%] | 38<br>[%] |
|----|---------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| 5  | Enzym 4       | 2         | 2         | 2         | 2         | -         | -         | -         |
|    | AE4           | 1 5       | 1 5       | 1 5       | 1 5       | 4         | 2         |           |
|    | Parfüm        | 0 5       | 0 5       | 0 5       | 0 5       | -         | -         | -         |
| 10 | Phosphonat 2  | -         | -         | -         | -         | -         | -         | 1         |
|    | Alkansulfonat | -         | -         | -         | -         | -         | -         | 2         |
|    | Wasserglas    | -         | -         | -         | -         | -         | -         | 36        |
|    | Hypochlorit   | -         | -         | -         | -         | -         | -         | 9         |
| 15 | Sulfat        | -         | -         | 6         | -         | -         | -         | -         |
|    | Wasser        | -         | -         | -         | -         | -         | -         | 20        |
|    | Dosierung [g] | 20        | 20        | 20        | 20        | 2 g/l     | 60        | 40        |

## 20 Eingesetzte Substanzen

## [0122]

|    |                     |  |
|----|---------------------|--|
| 25 | AE 1                | Genapo' OAA 080. Fa. Clariant                  |
|    | AE 2                | Genapol OAA 040. Fa. Clariant                  |
|    | AE 3                | Genagen 81MEE100. Fa. Clariant                 |
|    | AE 4                | Genapol 2822. Fa. Clariant                     |
|    | Acetat th.          | Natriumacetat:trihydrat. Fa. Riedel-de Haen    |
| 30 | Alkansulfonat       | Hostapur SAS 60. Fa. Clariant                  |
|    | Antischäum:         | 11 Plv ASP3. Fa. Wacker                        |
|    | Bicarbonat:         | Fa. Solvay                                     |
|    | Citrat th :         | Trinatriumcitrat trihydrat. Fa. Jungbunzlauer  |
|    | Citronensäure:      | von Fa. Jungbunzlauer                          |
| 35 | Cellulose:          | Arbocoll. Fa. Rettenmaier                      |
|    | CMC                 | Tylose 2000. Fa. Clariant                      |
|    | Enzym 1:            | Termamyl 60T Fa. Solvay Enzymes                |
|    | Enzym 2             | Termamyl 120T Fa. Solvay Enzymes               |
|    | Enzym 3:            | Savinase 6 0 TW Fa. Solvay Enzymes             |
| 40 | Enzym 4             | Savinase 6 0 TW Fa. Solvay Enzymes             |
|    | Hypochlorit:        | Natriumhypochlorit. Celanese GmbH              |
|    | LAS                 | Marlon ARL Fa. Hüls                            |
|    | Metasilicat ph      | Metasilicat pentahydrat. Fa. van Barel         |
|    | NADCC               | Natriumdichloroisocyanurat. Fa. Olin Chemicals |
|    | Natriumchloric      | Fa. Merck KGaA                                 |
| 45 | Natriumnycroxid     | Microphls 100%. Fa. Riedel-de Haen             |
|    | Optischer Aufheller | Tinopal CBS-X Fa. Ciba                         |
|    | Parfüm              | Citronerparfüm 78122D. Fa. Orissa              |
|    | Perborat mh         | Perborat:monohydrat. Fa. Degussa               |
|    | Perborat th         | Perborat:tetrahydrat. Fa. Degussa              |
| 50 | Percarbonat         | Oxyper C. Fa. Solvay Interox                   |
|    | Phosphat 1          | Natriumtripolyphosphat von Fa. Thermphos Int   |
|    | Phosphat 2          | Makrophos 1018 Fa. BK Giulini                  |
|    | Phosphat 3          | Thermphos NW grob                              |

|              |  |
|--------------|--|
| Polymer 3    | Sokalan CP5 flüssig Fa. BASF                       |
| PVP          | Polyvinylpyrrolidon. Sokalan HP50 Fa. BASF         |
| Seife        | Liga Grundseife HM11E                              |
| Soda         | Schwersoda. Fa. Matthes&Weber                      |
| 5 SRP        | Soil release Polymer SRC 1 Fa. Clariant            |
| Sulfat       | vcn Fa. Solvay                                     |
| TAED 1       | TAED 4049 Fa. Clariant                             |
| TAED 2       | TAED 3873. Fa. Clariant                            |
| Wasserglas   | 45 5% Aktivsubstanz. Modul 2 0 Fa. Claranit France |
| 10 Zeolith A | Wessalith P. Fa. Degussa                           |

## Patentansprüche

15 1. Granulares Alkalischichtsilicat-Compound **dadurch gekennzeichnet**, daß es ein kristallines Alkalischichtsilicat einen Farbstoff und ein Additiv enthält.

20 2. Granulares Alkalischichtsilicat-Compound nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß es 68-99.79 Gew.-% Alkalischichtsilicat 0.01-2 Gew.-% Farbstoff, 0.1-15 Gew.-% Additive und 0.1-15 Gew.-% Wasser enthält.

25 3. Granulares Alkalischichtsilicat-Compound nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß es 84-93.95 Gew.-% Alkalischichtsilicat 0.05-1 Gew.-% Farbstoff, 0.5-5 Gew.-% Additive und 0.5-10 Gew.-% Wasser enthält.

4. Granulares Alkalischichtsilicat Compound nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß es sich bei dem Farbstoff um einen oxidationsstabilen und/oder alkalistabilen Farbstoff und/oder Pigmente handelt.

30 5. Granulares Alkalischichtsilicat-Compound nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß es sich bei den Additiven um Alkylalkoxylate, Gluconamide, Alkylpolyglycoside, Alkylesteralkoxylate, Oligoglycole, Polyglycole, Monoalkylglycolether, Monoalkyloligoglycolether, Monoalkylpolyglycolether, Dialkylglycolether, Dialkyloligoglycolether, Dialkylpolyglycolether, Oligocarboxylate und/oder Polycarboxylate handelt.

35 6. Granulares Alkalischichtsilicat-Compound nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet**, daß es sich bei den Alkylalkoxylaten um Alkyethoxylate und/oder EO-PO-Alkoxylate handelt.

7. Granulares Alkalischichtsilicat-Compound nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet**, daß es einen mittleren Teilchendurchmesser von 400 bis 900 µm aufweist.

40 8. Verfahren zur Herstellung eines granularen Alkalischichtsilicat-Compounds nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet**, daß man ein Alkalischichtsilicat mit einem Farbstoff mischt und anschließend einen Additiv aufsprüht und wahlweise nachtrocknet.

9. Verfahren zur Herstellung eines granularen Alkalischichtsilicat-Compounds nach Anspruch 7, **dadurch gekennzeichnet**, daß man das Additiv in Mischung mit Wasser und/oder einem Lösungsmittel aufsprüht und wahlweise nachtrocknet.

45 10. Wasch- und Reinigungsmittel enthaltend ein granularen Alkalischichtsilicat-Compound nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7

50 11. Wasch- und Reinigungsmittel nach Anspruch 10, **dadurch gekennzeichnet**, daß es

0.1 bis 80 Gew.-% des granularen Alkalischichtsilicat Compounds

0 bis 92 Gew.-% Cobuilder

0 bis 20 Gew.-% Wasser

EP 1 113 068 A9 (W1A2)

12. Wasch- und Reinigungsmittel nach Anspruch 10 oder 11 dadurch gekennzeichnet, daß es in Tablettform vorliegt

5

10

15

20

25

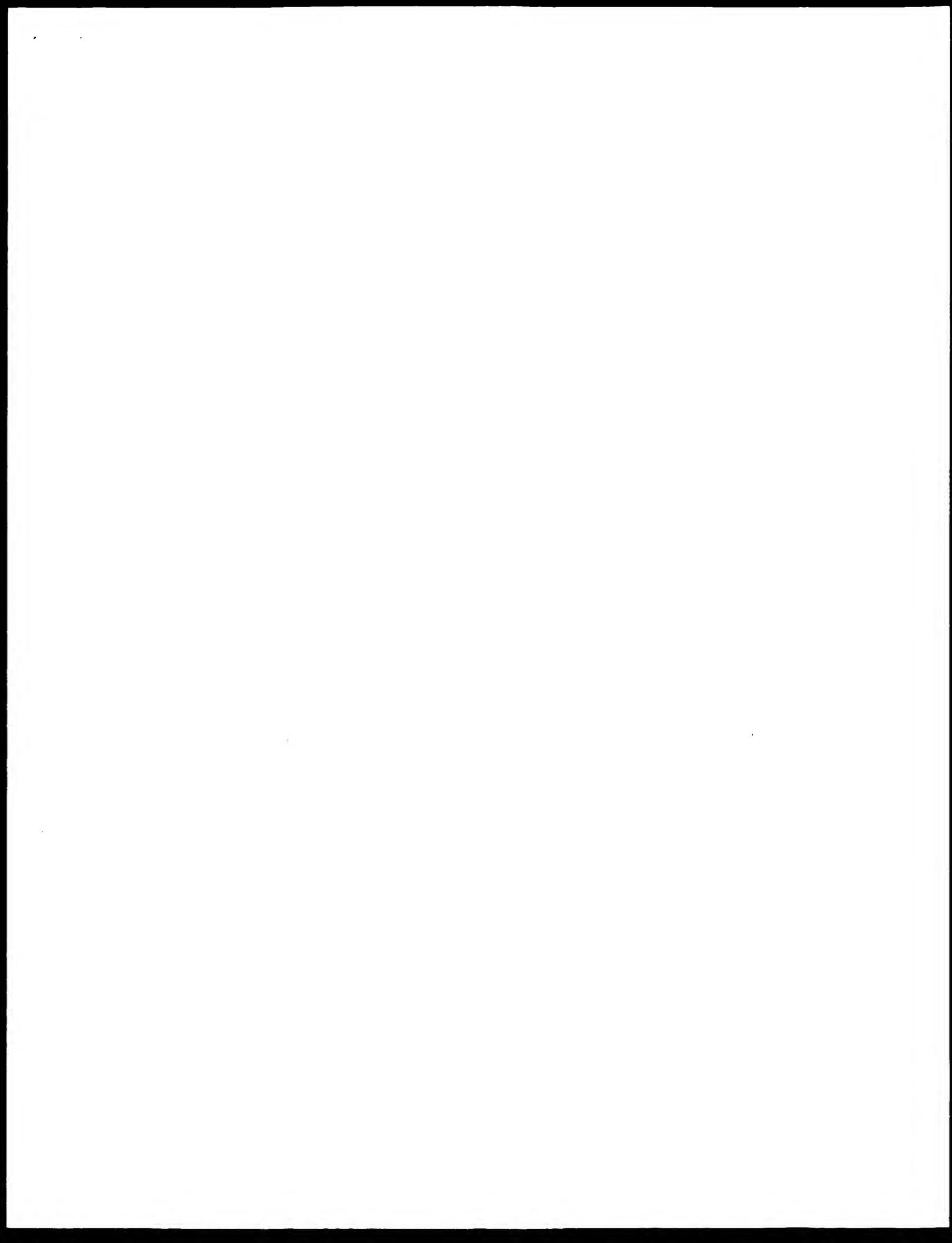
30

35

40

45

50



# Process for the preparation of layered sodium silicates and use thereof.

Patent Number: EP0578986  
Publication date: 1994-01-19  
Inventor(s): ADRIAN RENATE (DE); BAUER HARALD DR (DE); SCHIMMEL GUENTHER DR (DE); TAPPER ALEXANDER DR (DE)  
Applicant(s): HOECHST AG (DE)  
Requested Patent:  EP0578986, B1  
Application Number: EP19930109655 19930617  
Priority Number(s): DE19924223545 19920717  
IPC Classification: C01B33/32  
EC Classification: C01B33/38, C11D3/12G2D4  
Equivalents:  DE4223545, ES2099866T,  JP6183724

## Abstract

To prepare crystalline sodium silicate having a layered structure and a molar SiO<sub>2</sub>:Na<sub>2</sub>O ratio of 1.9:1 to 20:1, sodium silicate essentially composed of delta -Na<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>5</sub> is reacted with at least one acid in the pH range from 9 to 13 with stirring. The acids used can be carbon dioxide, sodium hydrogen carbonate, boric acid, sodium tetraborate, sulphuric acid, phosphoric acid, hydrochloric acid, alkanesulphonic acids, alkanecarboxylic acids and/or hydroxycarboxylic acids.

Data supplied from the **esp@cenet** database - I2